

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS-SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Pierre MOUTURAT

PREMIÈRE THÈSE

Propriétés élastiques et plastiques des alliages fer-aluminium
Problèmes particuliers posés par la fragilité des alliages
à forte teneur en aluminium

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté :

Soutenues le 25 juin 1966, devant la Commission d'examen

MM. PONCIN

Président

A. GUINIER
P. LACOMBE }

Examineurs

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS-SCIENCES PHYSIQUES

PAR

Pierre MOUTURAT

PREMIÈRE THÈSE

Propriétés élastiques et plastiques des alliages fer-aluminium
Problèmes particuliers posés par la fragilité des alliages
à forte teneur en aluminium

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté :

Soutenues le 25 juin 1966, devant la Commission d'examen

MM. PONCIN

Président

A. GUINIER }
P. LACOMBE }

Examineurs

FACULTE DES SCIENCES D'ORSAY

Personnel Enseignant

Professeur titulaires de chaires

MM. BENOIT P.	Physiologie générale et animale	MM. LACOMBE	Métallurgie
BERGERARD	Zoologie	LAGARRIGUE	Physique des hautes énergies
BLANC-LAPIERRE A.	Accélérateur linéaire	LEDERER	Chimie biologique
BRUNN	Géologie historique	LEFORT	Chimie Nucléaire
CASTAING	Thermodynamique	LEMEE	Ecologie végétale
CHAPELLE	Physique expérimentale et Physique cristalline	LENDER	Biologie animale S. P. C. N. et Morphologie expérimentale
DELANGE	Mathématiques I et II	L'HERITIER	Génétique des Virus
DENY	Mathématiques M. G. P. et M. M. P. I.	MANGENOT	Botanique A
DODE	Chimie thermodynamique,	MAY	Anatomie comparée
	Chimie générale I et II	MICHEL	Chimie minérale
ELLENBERGER	Géologie structurale	MOYSE	Physiologie végétale, cellulaire et B. M. P. V.
FREON	Chimie organique	NERON	Mathématiques M. P. C.
GRIVET	Radio-électricité, Electronique	NOZERAN	Botanique approfondie
GUINIER	Physique des solides, Electricité	POITOU	Mathématiques, Algèbre
GUINOCHET	Biologie végétale S. P. C. N. et entomologie	RIVIERE	Géologie générale et Sédimentologie
JACQUINOT	Optique-Spectronomie	RIZET	Génétique
JULIEN	Chimie structurale organique et	ROGER	Paléontologie
	Chimie systématique	TONNELAT	Biologie physico-chimique
JEAN	Physique nucléaire		

Professeurs titulaires à titre personnel

MM. ARNOULT	Physique électronique	MM. GUERIN	Chimie des gaz et des combustibles
ARNULF	Optique appliquée	KAHANE J.P.	Mathématiques M. G. P.
BERTIN	Electronique	KOURGANOFF	Astronomie
BROCHARD	Physique M. G. P.	LEHMANN	Accélérateur linéaire
CERF	Mathématique T. M. P.	LESEUR	Mathématiques M. P. C. et Algèbre
CHABBAL	Physique M. G. P.	MALGRANGE	T. M. P. et M. M. P. I.
CHEVAUGEON	Cryptogamie	MARECHAL	Optique théorique et appliquée
CORABOEUF	Physiologie comparée	MAZET	Mécanique générale
DAVID	Chimie agrégation	MEYER	Physique atomique et
DELCROIX	Physique des plasmas		Physique théorique
D'ESPAGNAT	Physique théorique	Mme. ROIZEN	Physique C. P. E. M.
FRIEDEL	Physique des solides	MM. ROUAULT	Diffraction électronique et Electricité
DE GENNES	Physique des solides	SCHAEFFER	Microbiologie

Professeurs sans chaires

MM. ANDRE	Biologie animale C. P. E. M. et Biologie cellulaire	MM. LAVOREL	Biophysique
BOURDU	Physiologie végétale	LEBERRE	Entomologie
BROUSSE	Géologie S. P. C. N.	LIORET	Physiologie végétale, B. M. P. V.
BRUN	Génétique II.	LURCAT	Mathématiques T. M. P.
CHEMLA	Chimie isotopique	Mme. MARTY	Physique propédeutique M. P. C.
CLAUSER	Chimie biologique	MERCOUROFF	Physique, Agrégation
FETIZON	Chimie C. P. E. M. et Stéréochimie	PEREZ-Y-JORBA	Accélérateurs linéaires
GORENFLOT	Biologie végétale S. P. C. N.	PERIO	Physique propédeutique S. P. C. N. et
GOUDIN	Physique théorique, atomique et nucléaire		Physique des Solides
JANCOVICI	Physique atomique	RIOU	Physique nucléaire

Professeurs associés

MM. FERRONI	Accélérateur linéaire	MM. LOJASIEWICZ	Mathématiques M. G. P.
FROIDEVAUX	Physique des solides	LOPES	Physique théorique
GOLSTEIN	Electronique	PRIMAKOFF	Physique théorique
HELSON	Mathématiques	STEIN	Mathématiques
LEMMER	Physique nucléaire		



REMERCIEMENTS

Ces études ont été entreprises dans le Service de RECHERCHES de METALLURGIE PHYSIQUE et CHIMIQUE du Département de METALLURGIE du COMMISSARIAT à l'ENERGIE ATOMIQUE à SACLAY.

Nous prions Monsieur Paul LACOMBE, Professeur à la Faculté des Sciences, Directeur du Laboratoire de Métallurgie de l'Ecole des Mines de Paris d'agréer l'expression de notre profonde gratitude pour l'intérêt qu'il a porté à nos travaux et les conseils qu'il nous a donnés.

Nous remercions aussi Messieurs les Professeurs GUINIER et PONCIN d'avoir bien voulu accepter de faire partie de notre jury.

Nous exprimons notre reconnaissance à Monsieur SALESSE, Chef du Département de METALLURGIE, de nous avoir permis de réaliser ce travail dans ses laboratoires et de nous avoir autorisé à le présenter comme sujet de thèse.

Nous remercions Monsieur CABANE, Chef du Service de RECHERCHES de METALLURGIE PHYSIQUE et CHIMIQUE, qui a toujours témoigné beaucoup d'intérêt à nos travaux, nous a fait bénéficier de pertinentes observations et nous a donné les plus judicieux conseils.

Nous adressons aussi nos remerciements à Monsieur SAINFORT pour toutes les informations que nous avons recueillies auprès de lui au cours de nos échanges de vue, et qui ont contribué utilement à l'orientation de nos travaux.

En terminant nous ne saurions oublier non plus nos camarades pour toute l'aide confiante qu'ils n'ont pas manqué de nous apporter, aussi souvent qu'il était nécessaire, au cours de nos recherches.

TABLE DES MATIÈRES

	Pages
INTRODUCTION - Intérêt des mécanismes de déformation des alliages fer-aluminium ordonnés au moment où leur utilisation est envisagée dans des applications pratiques	7
HISTORIQUE DES TRAVAUX ET RESULTATS ANTERIEURS	
- Diagramme	9
- Propriétés mécaniques	13
- Etude dynamique du module d'élasticité	14
CHAPITRE I - Problèmes particuliers soulevés par la fragilité des alliages à forte teneur du domaine Fe-Al	17
CHAPITRE II - Propriétés élastiques et plastiques de 0 à 40 at. %	25
A - Méthodes expérimentales utilisées	25
- Etude dynamique du module d'élasticité	25
- Enregistrement des courbes effort-déformation	28
- Préparation des échantillons	28
B - Résultats expérimentaux et discussion	29
1/ Etude dynamique du module d'élasticité	29
- Variations du module avec la température	29
- Etude des isothermes	44
2/ Analyse des courbes effort-déformation	45
- Mécanisme de déformation en phases élastique et plastique	47
● Variation de la limite élastique avec la température	47
● Durcissement en cours de déformation	48
● Aspect des courbes de traction	48
● Discussion :	49
- Domaine de solution solide α	49
- Zone d'ordre Fe_3Al	49
- Alliages au delà de la stoechiométrie Fe_3Al	55
- Zone Fe-Al	56

	Pages
- Instabilités observées sur les courbes et phénomène Portevin-Le Chatelier	56
● Différences dans la manifestation du phénomène entre les trois domaines , Fe ₃ Al et Fe-Al	57
● Analyse détaillée pour un alliage Fe-Al 40 et interprétation	60

INTRODUCTION

Les déformations plastiques des métaux font intervenir certains mécanismes en relation avec la structure cristalline des grains qui les composent. Dans la plupart des cas ces mécanismes consistent en glissements qui entraînent une augmentation de la résistance à la déformation.

Le nombre des travaux expérimentaux et théoriques publiés sur cette question suffit à montrer que les mécanismes de déformation ne sont pas encore parfaitement connus.

Les phénomènes se compliquent encore dans le cas des alliages métalliques susceptibles de s'ordonner ; en particulier l'interprétation des propriétés mécaniques devient beaucoup plus difficile.

Ces alliages ordonnés ont fait l'objet de nombreuses études ces dernières années ; ils présentent, en effet, un grand intérêt théorique en même temps que pratique pour certains d'entre eux ; c'est le cas, par exemple, des alliages fer-aluminium.

Nous rappelons, en effet, que la solution solide d'aluminium dans le fer s'étend en principe jusqu'à 50 % atomique, soit environ 30 % en poids. Il y a là une perspective très intéressante pour les applications nucléaires, étant donné les faibles densité et section efficace de l'aluminium (G. CABANE, 1961) (Tableau I).

Tableau I

	Fer	Acier inoxy- dable 18/8	Fe Al 35 at %	Fe Al 50 at %
Section efficace par unité de masse mm ² /g	2,72	3,13	2,28	1,96
Section efficace par unité de volume cm ⁻¹	0,215	0,25	0,14	0,106

D'autre part, le rapport-programme de l'A.E.C. (NUCLEONICS, 1960) dit : "La fabrication, le comportement sous irradiation et la résistance à la corrosion sur de longues durées, des alliages Fe-Al seront étudiés puisqu'ils peuvent se substituer aux aciers inoxydables pour les réacteurs à refroidissement par eau, par liquide organique et par sodium au-dessus de 550-650° C".

Enfin, les alliages fer-aluminium sont aussi indiqués pour les réacteurs refroidis par gaz carbonique, étant donné leur très bonne résistance à l'oxydation ; de plus, ils sont classés dans les matériaux compatibles avec le graphite à haute température, dans l'étude d'Oak-Ridge d'un réacteur refroidi à l'hélium (O.R.N.L. 2676).

Les expériences présentées dans cette étude sont relatives aux alliages fer-aluminium ; elles décrivent : les méthodes d'élaboration et de transformation destinées à atténuer la fragilité des alliages du domaine ordonné Fe-Al, l'analyse des résultats expérimentaux qui ont été obtenus dans un large intervalle de composition s'étendant de 0 à plus de 40 at. % d'aluminium ; cette analyse a permis de progresser quelque peu dans la connaissance des mécanismes de déformation intéressant les zones élastique et plastique.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41533912_0026

HISTORIQUE DES TRAVAUX ET RÉSULTATS ANTÉRIEURS

Le fer et l'aluminium étant des métaux communs, leurs alliages ont depuis longtemps, dès 1890 (HADFIELD, 1890), fait l'objet de recherches. Pourtant la bibliographie sur ce sujet n'est pas aussi abondante que cette ancienneté pourrait le faire croire et les alliages fer-aluminium n'ont été vraiment étudiés de façon intensive que depuis cinq ou six années. Les études sont rendues délicates, à partir de 22 at. % environ, par la formation de liaisons covalentes (SAVLEY et CAHN, 1961), (NEMNONOV et KOLOBVA, 1958), (RADCLIFFE, AVERBACH et COHEN, 1961) qui se substituent progressivement à certaines liaisons de type métallique et donnent un ordre à longue distance du type Fe_3Al ou $\text{Fe}-\text{Al}$.

a) Diagramme

BRADLEY et JAY (1952) ont découvert et décrit les formes ordonnées Fe_3Al et $\text{Fe}-\text{Al}$ (figure 1) qui se manifestent par l'apparition de raies de surstructures caractéristiques, d'autant plus intenses que l'ordre est mieux réalisé ; les raies de diffraction "Normales" ne sont pas affectées par cette formation d'ordre.

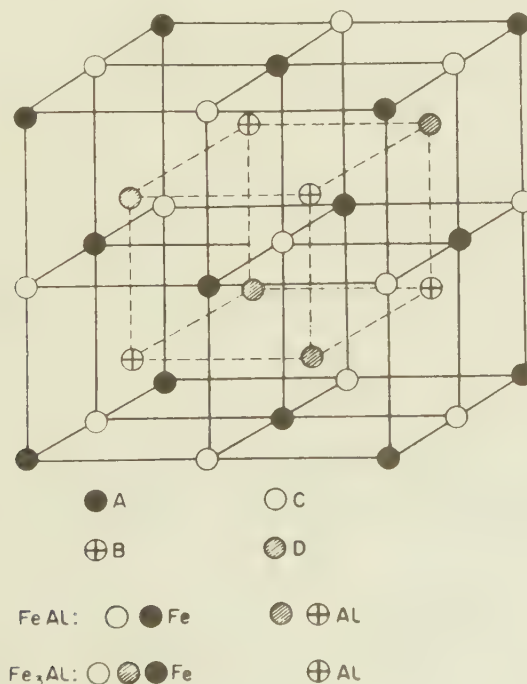


Figure 1 -

De 0 à 20 at. % environ les atomes d'aluminium remplacent au hasard les atomes de fer aux sommets et au centre de la maille cubique centrée du fer.

Puis à partir de 20 at. % les atomes d'aluminium ont tendance à occuper des sites préférentiels, tendance qui va en s'accroissant quand la teneur en aluminium augmente d'abord jusqu'à 25 at. % puis jusqu'à 50 at. %.

Pour 25 at. % on obtient la structure ordonnée Fe_3Al . Elle est décrite au moyen d'un cube de côté $2 a_0$ (a_0 est la maille élémentaire du fer). Si nous désignons par α , β , γ et δ les positions successives des atomes dans la direction $[111]$ à partir d'un sommet les atomes d'aluminium occupent les sites β tels que nous ayons la succession Fe-Al-Fe-Fe...

Pour 50 at. % nous avons la structure ordonnée Fe-Al. Dans la direction $[111]$ la succession est cette fois Fe-Al-Fe-Al., autrement dit la maille élémentaire Fe-Al est constituée par un cube de côté a_0 dont le centre est occupé par un atome d'aluminium et les sommets par des atomes de fer. BRADLEY et JAY (1932) et LAWLEY et CAHN (1961) ont étudié les pourcentages d'occupation des sites α , β , γ et δ en fonction de la teneur en aluminium (figure 2).

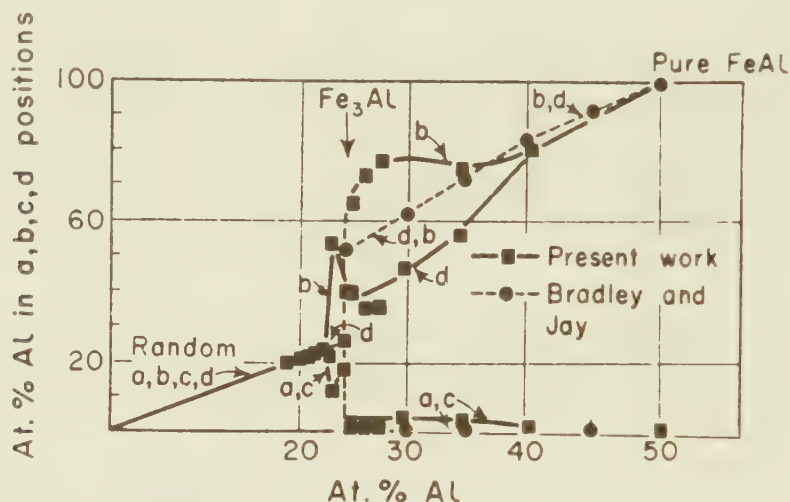


Figure 2 - Pourcentage d'occupation des sites α β γ δ en fonction de la teneur en aluminium.

L'étude des structures ordonnées est compliquée par le fait que les états d'ordre atteignent très vite, dans ce système, leur état d'équilibre ; par suite il est difficile de tremper les états ordonnés au-dessus de 300°C ; il est nécessaire d'effectuer les mesures à chaud.

D'autre part les auteurs ne se sont pas mis d'accord sur la manière dont s'effectue la transformation ordre désordre ; certains pensent qu'il s'agit d'une transformation du premier ordre, d'autres du second.

Nous allons envisager l'ordre chronologique des résultats.

TAYLOR et JONES (1958) ont étudié les variations du paramètre en fonction de la composition et de la température et ont interprété leurs résultats conformément à la règle des phases ; ils ont alors établi un diagramme présentant des zones biphasées (figure 3) ; dans ce cas les transformations ordre désordre sont du premier ordre. Ils trouvent une limite supérieure courbe pour le domaine Fe-Al. Par contre à haute température et quand la teneur en aluminium augmente la transition $\alpha \rightarrow \text{Fe-Al}$ serait du deuxième ordre.

Un peu plus tard MAC QUEEN et KUCZINSKY (1959) (figure 4) avec une étude cinétique par résistivité et dilatométrie, puis LAWLEY et CAHN (1961) (figure 5) avec des mesures d'intensité des raies de surstructure ont tracé des diagrammes apparemment contraires à la règle des phases ; dans cette interprétation les structures constamment homogènes se désordonneraient suivant une transition du deuxième ordre.

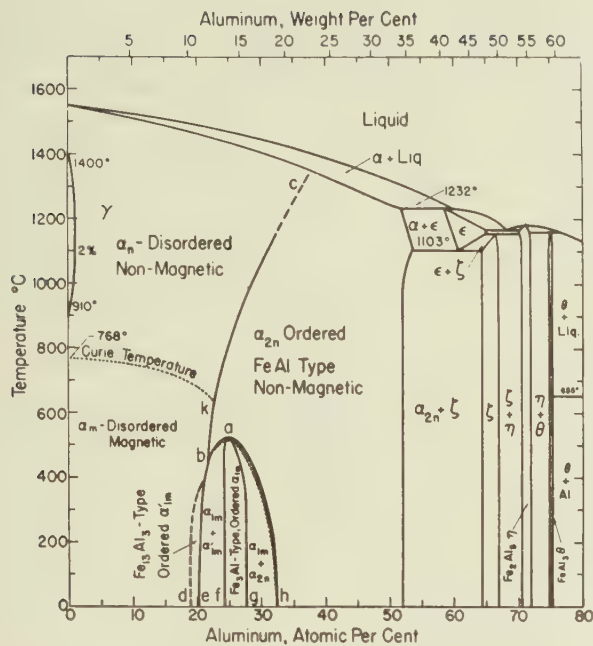


Figure 3 - Diagramme de A. TAYLOR et R.M. JONES.

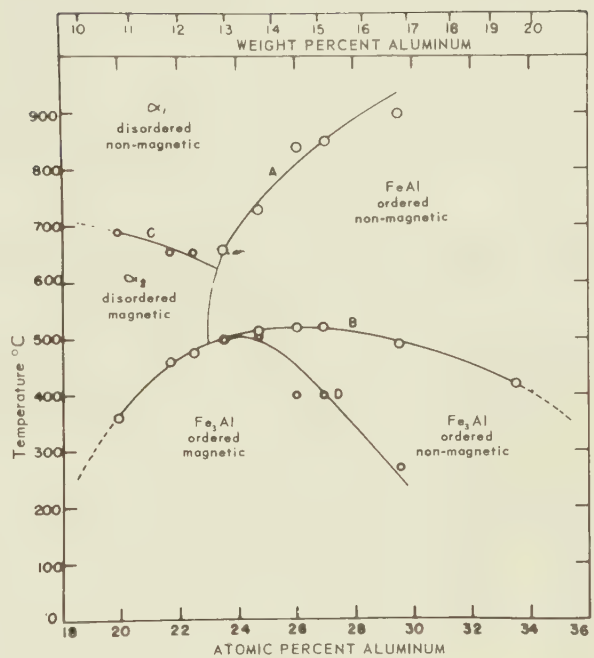


Figure 4 - Diagramme H.J. Mac Queen et G.C. KUCZYNSKI.

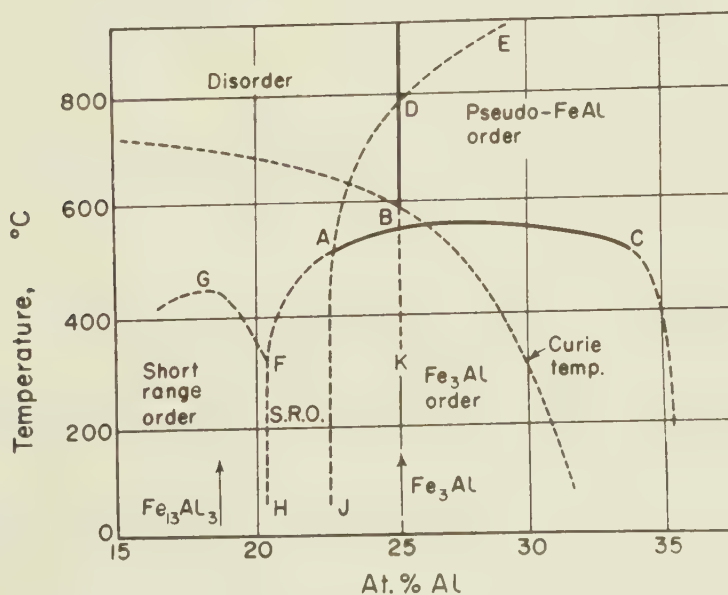


Figure 5 - Diagramme de A. LAWLEY et R.W. CAHN.

Des études plus récentes reviennent de nouveau à une interprétation d'après la règle des phases. Les études de constante paramétrique de LIHL et EBEL (1961) (figure 6) en fonction de la composition et de la température conduisent à une interprétation avec des zones à deux phases comme l'avaient proposé TAYLOR et JONES : LIHL et EBEL trouvent cependant une limite supérieure horizontale. De plus la transition $\alpha \rightarrow \text{Fe-Al}$ est du premier ordre, KLODZYNSKI (1964) et RIMLINGER, PIANELLI (figure 7) et FAIVRE (1965) aboutissent aux mêmes conclusions, zones biphasées, limite supérieure de séparation horizontale et transition $\alpha \rightarrow \text{Fe-Al}$ du premier ordre en étudiant aux rayons X les raies de surstructure soit sur des échantillons trempés, soit en opérant en température.

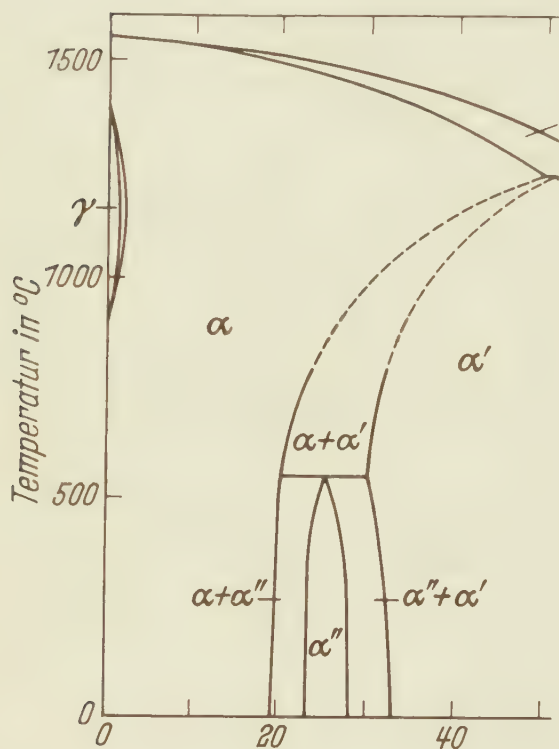


Figure 6 - Diagramme de F. LIHL et H. EBEL.

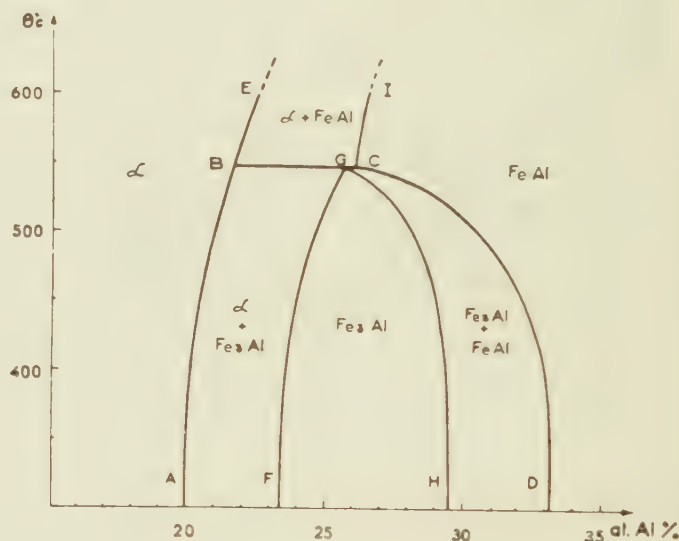


Figure 7 - Diagramme de L. RIMLINGER, A. PIANELLI et R. FAIVRE.

GREGOIRE (1964) par des études dilatométriques met aussi en évidence des zones biphasées ; pour lui le domaine Fe_3Al s'arrêterait à 27 at. % à 20° C.

La structure biphasée $\alpha + \text{Fe-Al}$ a été observée au microscope électronique par LÜTJERING et WARLIMONT (1965) sur des échantillons très lentement refroidis à la vitesse de 1 °C/heure ; cette zone s'étendrait jusqu'à près de 25 at. %.

MORGAND (1965) par des observations au microscope électronique a vu lui aussi des domaines à deux phases ; pour les compositions inférieures à 25 at. % il retrouve le mélange $\alpha + \text{Fe}_3\text{Al}$; pour les compositions supérieures à 30,5 at. % il observe un mélange $\text{Fe}_3\text{Al} + \text{Fe-Al}$; les échantillons ont été refroidis à la vitesse de 30° C/heure.

Signalons enfin que DAVIES (1963, 1964) distingue deux processus différents d'établissements de l'ordre Fe_3Al suivant qu'il se forme par refroidissement continu ou par trempe et revenu. Dans le premier cas l'ordre s'établit progressivement dans tout l'échantillon pendant le refroidissement ; au contraire par trempe et revenu il y aurait un processus de germination et croissance comprenant d'abord la formation d'un ordre de degré élevé dans des domaines limités, puis la croissance de ces domaines.

Les divergences entre les auteurs sur l'ordre des transformations $\alpha \longrightarrow \text{Fe}_3\text{Al}$ et $\text{Fe}_3\text{Al} \longrightarrow \text{Fe-Al}$ sont peut être dues au fait que les uns s'intéressent surtout aux cinétiques de transformations et les autres aux structures d'équilibre.

A ces études expérimentales s'ajoutent des études plus théoriques.

RUDMAN (1960) a montré que la prévision, de manière théorique, du diagramme est possible mais il est nécessaire de faire intervenir les liaisons avec les premier et deuxième voisins ; le passage $\alpha \longrightarrow \text{Fe-Al}$ se produirait par l'intermédiaire d'une zone biphasée ; le passage $\text{Fe}_3\text{Al} \longrightarrow \text{Fe-Al}$ se produirait directement.

GEITCHENKO et SMIRNOV (1961) proposent une théorie des alliages ordonnés Fe_3Al ; ils trouvent aussi que l'apparition de la structure Fe_3Al ne peut s'expliquer qu'en faisant intervenir les premier et second voisins.

HOUSKA (1965) a établi des calculs sur la formation des deux phases ordonnées. Il montre en particulier que la dissymétrie de la boucle Fe_3Al , la limite verticale du côté Fe-Al, la diminution de la température de Curie et les coefficients d'ordre à courte distance ne peuvent s'expliquer que par des changements rapides dans les paramètres d'interaction entre les premiers voisins.

Toutefois ces auteurs sont d'accord sur plusieurs points :

- grande solubilité de l'aluminium dans le fer : 50 atomes %,
- solution solide désordonnée jusqu'à 20 at. % environ dans laquelle les atomes d'aluminium remplacent au hasard les atomes de fer aux sommets et au centre de la maille cubique centrée du fer,
- existence d'une structure ordonnée Fe_3Al entre 20 et 35 at. %,
- enfin, structure ordonnée Fe-Al à partir de 35 at. %.

b) Propriétés mécaniques

En raison de leur apparente fragilité, les alliages fer-aluminium ont été peu étudiés du point de vue des propriétés mécaniques.

Certains auteurs ont étudié surtout la fragilité, d'autres ont mis en évidence des pics de limite élastique pour la composition Fe_3Al ; un dernier groupe s'est intéressé aux modes de déformation.

Nous allons envisager successivement ces trois études :

1/ Etude de la fragilité

SYKES et BAMPFYLDE (1934) ont mesuré les caractéristiques mécaniques à froid et à 600° d'alliages titrant jusqu'à 25,2 at. % et ont conclu que la solution solide d'aluminium dans le fer est en elle-même un matériau ductile puisque l'allongement à la rupture diminue sans discontinuité quand la teneur en aluminium croît ; ils attribuent les ruptures prématurées de leurs éprouvettes à un précipité sur les joints de grains, précipité non identifié.

Les chercheurs de la Compagnie MARTIN (1959) sur l'alliage DB 2 et NACHMAN et BUCHLER (1954, 1956) sur l'alfenol 16 % étudient les conséquences de traitements thermiques variés : leur observation la plus constante est l'existence d'une structure peu ductile à l'état recristallisé.

JUSTUSSON, JACKAY et MORGAN (1957) trouvent que la ductilité diminue brutalement à partir de 18,5 at. % et attribuent les variations observées des propriétés mécaniques à l'influence de la composition et du traitement thermique sur les formations d'ordre.

PERKINS et NACHMAN (1959, 1960) ont mis en évidence une grande sensibilité à l'effet d'entaille ; les éprouvettes polies électrolytiquement donnent des résultats beaucoup moins dispersés.

LIHL et STICKER (1960) ont tracé les courbes de caractéristiques mécaniques et de résilience entre - 200 et + 900° C pour des alliages contenant de 0,5 à 30 at. % d'aluminium. Les courbes de résilience semblent les plus intéressantes et présentent plusieurs transitions brutales : une transition classique qui, pour des teneurs croissantes en aluminium se produit à des températures de plus en plus élevées et dans un intervalle plus étalé (pour 20° C à 0,50 at. % et entre 260 et

350° C pour 20,50 at. % d'Al). A des températures plus élevées, c'est-à-dire 680° jusqu'à 8 %, 830-900° entre 8 et 22 %, on observe un pic de résilience sur un intervalle étroit de température, ce qui n'a pas été expliqué par les auteurs.

2/ Pic de limite classique

LAWLEY, VIDOZ et CAHN (1961) ont mesuré les limites élastiques à 20° C d'alliages voisins de Fe_3Al , trempés depuis des températures échelonnées de 300 à 900° C ; ils observent en particulier une croissance rapide de la limite élastique lorsque la température avant trempe s'approche de la température critique de la transformation $\text{Fe}_3\text{Al} \longrightarrow \text{Fe-Al}$ soit 540° C ; une telle variation de la limite élastique ne pourrait s'expliquer d'après CAHN et al. que par la théorie de FISHER (1953, 1954) : effet d'un ordre à courte distance sur l'énergie de déplacement des dislocations, ou mieux encore par la théorie de SUMINO (1958) qui fait intervenir la formation d'ordre dans le champ de contraintes autour d'une dislocation.

Ce maximum de limite élastique avait déjà été observé par KAYSER (1957) dans des essais à chaud sur Fe_3Al .

D'après l'étude de STOLOFF et DAVIES (1964) il semble que le maximum de limite élastique se produise à une température inférieure à T_c pour un degré d'ordre S de l'ordre de 0,4 à 0,5 aussi bien dans les essais à chaud que dans les essais à froid sur les alliages Fe_3Al trempés. Ces résultats ainsi que ceux d'une étude parallèle sur les alliages Fe-Co conduisent ces auteurs à interpréter cette variation de limite élastique comme l'effet de la dissociation progressive des dislocations de surstructure en dislocations simples, le pic correspondant à un espacement de 500 à 1 000 Å.

3/ Mode de déformation

LAWLEY, COLL et CAHN (1960) ont mis en évidence un fluage oscillant et l'ont interprété par la formation d'un ordre directionnel à courte distance.

Ensuite CAHN et COLL (1961) montrèrent que le maclage n'est possible que dans une structure partiellement ordonnée ($S \simeq 0,5$).

DAVIES et STOLOFF (1963) ont mis à profit ces observations pour interpréter l'augmentation du durcissement par écrouissage par la formation d'ordre Fe_3Al ; toutefois, ces auteurs admettent qu'à la difficulté accrue de maclage, doit s'ajouter le durcissement créé par la formation de frontières anti-phases par le déplacement de dislocations simples.

MARCINKOWSKI et BROWN (1961) ont calculé la géométrie des dislocations de surstructure de Fe_3Al mais ils n'en ont pas mis en évidence par des observations au microscope électronique sur lames minces. Pourtant, MARCINKOWSKI et FISHER (1963) puis DAVIES et STOLOFF (1963, 1964) admettent que ce type de dislocation prédomine dans Fe_3Al .

c) Module d'élasticité

Les études de module d'élasticité sont intéressantes car elles se placent dans un domaine où l'alliage n'a pas subi de déformations importantes, tout au plus des micro-déformations.

Elles présentent un intérêt particulier dans les alliages ordonnés et ont fait l'objet de nombreuses mesures dans le cas des alliages fer-aluminium ; NISHIYAMA (1929) et MASUMOTO et SAITO (1944, 1951) ont fait des mesures statistiques ; KUBO (1942), YAMAMOTO (1942) et YAMAMOTO et TANIGUCHI (1956) ont utilisé une méthode dynamique magnétique ; FUKUROI et SHIBUYA (1953) ont employé une méthode statique interférométrique. Leurs études dépassent légèrement 25 at. % et leur observation la plus constante est la présence d'un minimum dans la mesure du module d'élasticité au voisinage de 25 at. %. De plus, YAMAMOTO et TANIGUCHI (1956) ont mis en évidence l'influence des parois de domaines magnétiques par l'étude de l'effet $\Delta E''$ et montré en particulier que le module des alliages magnétiques fer-aluminium est plus élevé dans une mesure sans champ magnétique et plus faible en l'absence de champ.

HREN (1963) arrive à la même conclusion en étudiant l'effet $\Delta E''$ sur des alliages de composition proche de 25 at. % ; il a aussi établi la courbe de variation du module d'élasticité en fonction du degré d'ordre de Fe_3Al par des essais en température et trouve une température critique de transformation $\text{Fe}_3\text{Al} \longrightarrow \text{Fe}_6\text{Al}$ de 540° C pour une composition de 24,80 at. %.

CHAPITRE I

PROBLÈMES PARTICULIERS SOULEVÉS PAR LA FRAGILITÉ DES ALLIAGES A FORTE TENEUR DU DOMAINE Fe-Al

A notre connaissance et jusqu'à ces dernières années le développement des alliages fer-aluminium a été limité à une teneur voisine de 25 at. % d'aluminium. Au delà de cette teneur les alliages étaient considérés trop fragiles, leur transformation pratiquement impossible. L'origine de cette fragilité est généralement attribuée à la formation d'une structure ordonnée ; celle-ci comporte des mécanismes de déformation insuffisants à la température ambiante et le joint de grains est soumis à des tensions d'accommodation trop importantes qui se traduisent par la fragilité intergranulaire.

La possibilité d'utiliser le fer-aluminium comme matériau de gainage a nécessité la mise au point de techniques susceptibles de permettre l'élaboration d'alliages dont la teneur approche et dépasse même 30 at. % d'aluminium.

Les progrès réalisés dans la préparation des compositions supérieures à 25 at. % ont permis alors d'étendre le champ des études des solutions solides Fe-Al, dans un domaine où n'avait pu encore être effectué aucun autre travail, à part quelques diffractions de R X sur poudres : BRADLEY et JAY, 1932).

Le but que nous poursuivons est d'obtenir un alliage de structure ordonnée Fe-Al, de composition supérieure à 30 at. %, susceptible d'être transformé par laminage et filage et pouvant ensuite être usiné par les procédés couramment employés.

Pour cette étude et la mise au point qu'elle nécessite, la teneur en aluminium est choisie à 40 at. % ce qui situe l'alliage dans le domaine ordonné Fe-Al, considéré comme particulièrement fragile. De plus, il n'y a pas pour cette composition de transformation entre la température ambiante et le solidus.

AMELIORATIONS SUCCESSIVES DE LA DUCTILITE DU Fe-Al 40

1 - Au stade de l'élaboration

Les élaborations préliminaires effectuées à l'air sans précaution spéciale ont conduit à des alliages à structure très grossière dont les grains se déchaussaient au cours du refroidissement du lingot sous l'action de simples tensions internes.

Ainsi est apparue la nécessité de se placer dans des conditions meilleures et nous avons envisagé la fusion sous vide, par courant moyenne fréquence permettant une bonne homogénéisation, suivie d'une coulée sous vide en lingotière.

La technique opératoire est la suivante :

- Fusion du fer dans un creuset d'alumine pur et dégazage sous vide pendant 2 heures à 1600° C,
- Addition de l'aluminium de pureté A 9,
- Maintien pendant 15 minutes à 1600° pour homogénéisation,
- Refroidissement lent jusqu'à la température de coulée θ qui sera précisée,
- Coulée dans une lingotière de graphite de diamètre 16 ou 60 mm, tapissée intérieurement d'un dépôt d'alumine.

Nous cherchons alors à réduire la fragilité intergranulaire par affinage du grain, blocage du carbone et utilisation de matériaux de haute pureté.

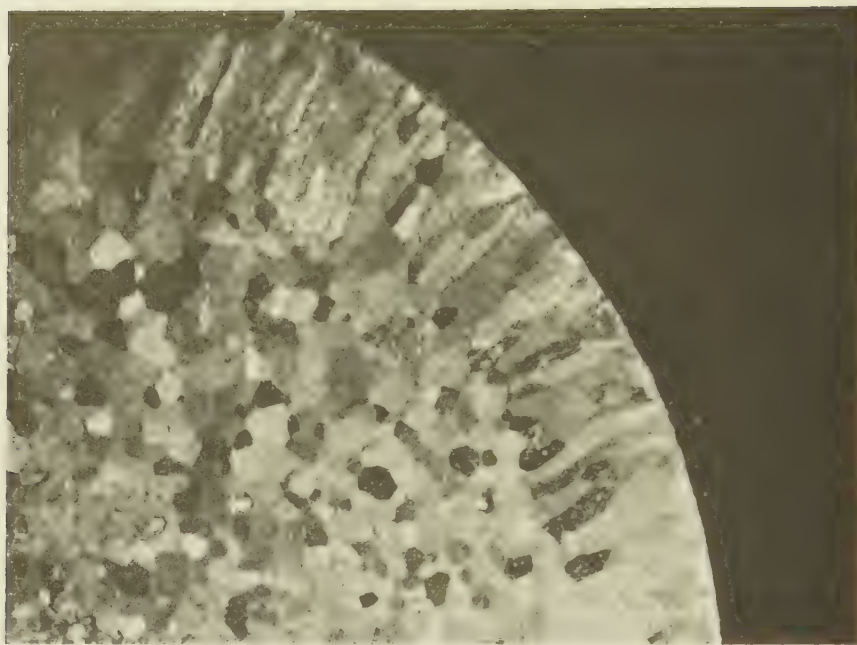


Figure 8 - Fe Al 40 coulé à 1450°.

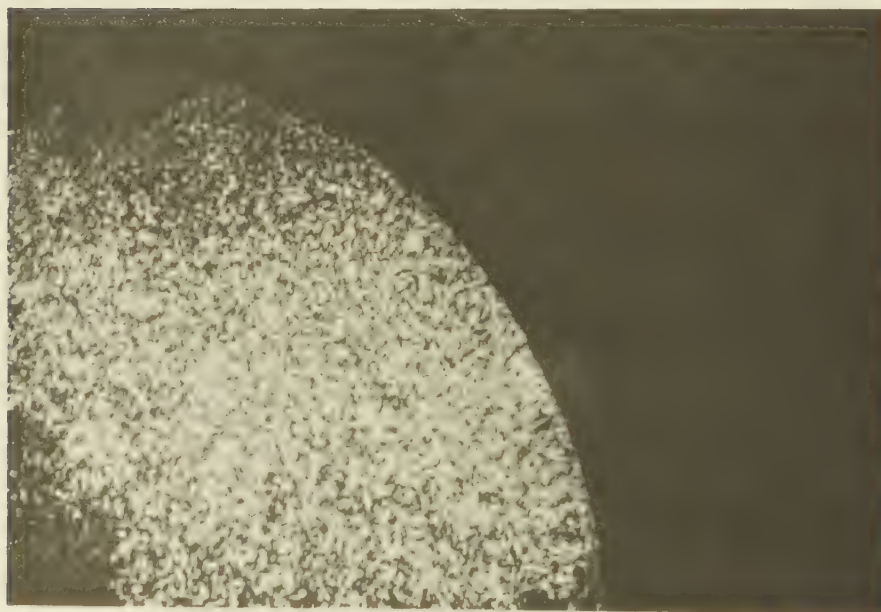


Figure 9 - Fe Al 40 coulé à 1400°.

a) Affinage du grain : pour cela nous agissons sur la température de coulée et étudions l'influence d'une addition ternaire comme le zirconium.

- Température de coulée : la taille des grains de fonderie diminue quand la température de coulée décroît ; la dimension moyenne est minimale pour une température de coulée de 1400° .

- Addition de Zr : la dimension des grains est réduite par addition de zirconium ; nous avons fait des essais pour des teneurs comprises entre 0,1 et 2 % de Zr.

Les figures 8 et 9 présentent les aspects de coupes macrographiques de lingots.

Nous allons revenir sur l'influence du Zr en étudiant l'importance du rapport Zr/C .

b) Blocage du carbone et influence du rapport Zr/C : nous avons constaté qu'une addition volontaire de carbone entraîne une fragilisation ; une addition trop forte de zirconium a le même effet ; par contre une addition simultanée de zirconium et de carbone permet de retrouver une partie des propriétés de l'alliage peu chargé en Zr et C.

Il nous est apparu que le quotient optimum des teneurs atomiques en Zr et C doit être voisin de 1, la teneur en carbone restant elle-même la plus faible possible.

Il semble aussi que ce soit pour cette valeur que l'aspect des tôles laminées est le meilleur ; il en est de même des propriétés de pliage et de résilience.

La résilience a été mesurée de la manière suivante : des barreaux bruts de fonderie de diamètre 16 mm sont laminés à $1050^{\circ}C$ et le laminage est arrêté quand l'épaisseur du produit est de 7 mm ; la géométrie de l'éprouvette est représentée par la figure 10. La face a b b' a' est celle qui reçoit le mouton dans l'essai de résistance au choc.

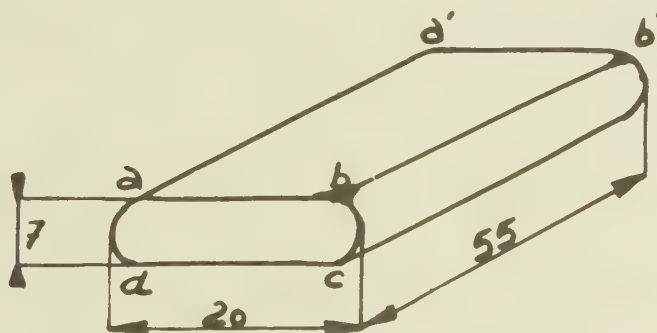


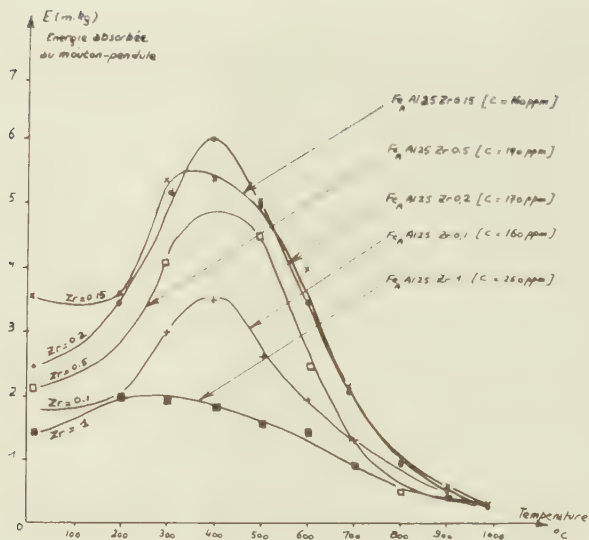
Figure 10 - Eprouvette de résilience.

Les courbes de résistance au choc en fonction de la température sont représentés sur les figures 11 et 12. Elles ne sont pas relatives à des essais de résilience vraie puisque le choc du mouton a lieu sur des éprouvettes sans entaille non normalisées. Aussi avons-nous simplement indiqué en ordonnée l'énergie en kg.m nécessaire à la rupture. Il est facile de constater l'influence du Zr (figure 11) et du rapport Zr/C (figure 12).

c) Pureté des matériaux : en utilisant du fer électrolytique ou du fer Armco on aboutit aux mêmes caractéristiques relatives à l'influence du Zr et du C.

Néanmoins l'utilisation de fer électrolytique de pureté supérieure au fer Armco, entraîne une amélioration relative. Cette amélioration est montrée par les courbes de la figure 13 où nous comparons les meilleurs résultats obtenus soit avec du fer Armco soit avec du fer électrolytique. Nous avons mentionné également la courbe de résilience pour un alliage élaboré sans addition de Zr à partir de fer électrolytique.

Ainsi l'utilisation de fer de pureté électrolytique et un choix convenable du rapport Zr/C voisin de l'unité permet d'accroître l'énergie de cohésion.



Influence du Zirconium

Figure 11 -

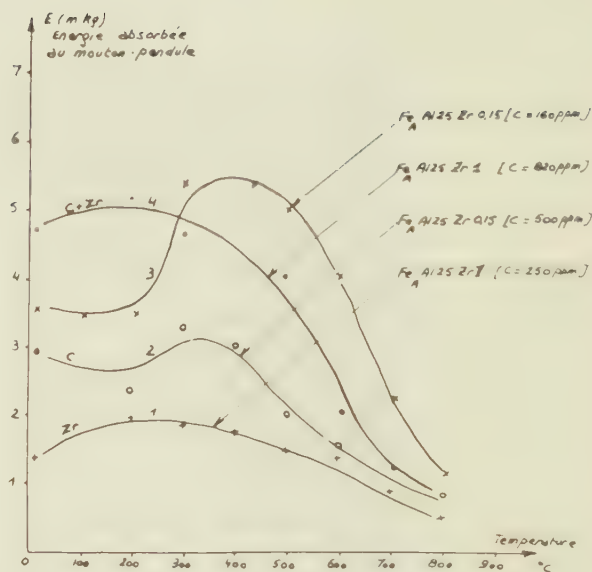


Figure 12 - Influence du rapport $\frac{\text{zirconium}}{\text{carbone}}$.

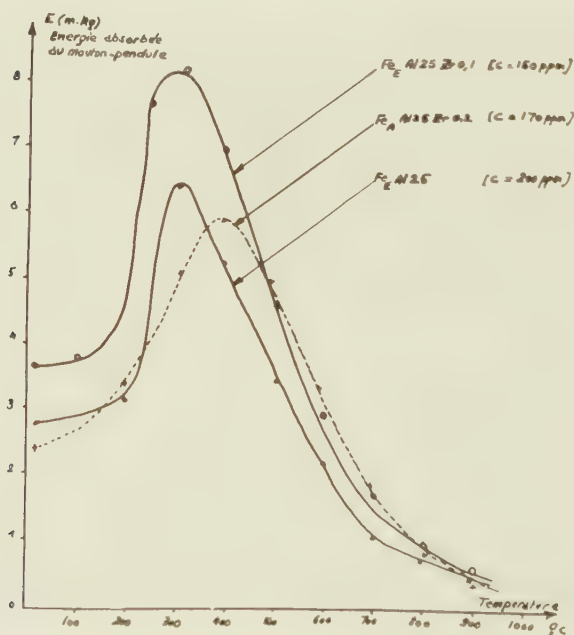


Figure 13 - Influence de la pureté du fer.

2 - Au stade de la transformation

a) Laminage : nous avons pu laminier des alliages jusqu'à 50 at. % avec et sans addition de Zr. Jusqu'à 30 at. % il n'y a pas de difficultés particulières ; cependant à partir de cette teneur il devient nécessaire de prendre des précautions supplémentaires.

Quand la teneur en aluminium s'élève au-dessus de 30 at. % environ, il faut tenir compte non seulement des conditions d'élaboration déjà exposées mais aussi des propriétés essentielles des alliages du domaine ordonné Fe-Al, en particulier une mauvaise aptitude des joints de grains à accommoder les tensions, dues à la transformation, quand ils contiennent des impuretés et l'établissement de fortes contraintes d'ordre thermique lors d'une variation brutale de la température.

Une condition nécessaire pour l'obtention de joints sans impureté est de laminier à une température suffisamment élevée pour obtenir une recristallisation instantanée pendant la déformation ; cette recristallisation donne des joints de grains propres dans lesquels les impuretés n'ont pas encore eu le temps de pénétrer.

Pour diminuer les contraintes d'ordre thermique qui naissent à la surface de l'échantillon en contact avec les cylindres froids du laminoir et pour obtenir une meilleure répartition des efforts pendant le laminage, les lingots ont été gainés dans un tube d'acier inoxydable ou doux. Le contact échantillon-gaine doit être aussi étroit que possible et l'échantillon maintenu dans sa gaine jusqu'à l'obtention du produit fini.

Finalement les conditions de laminage sont les suivantes pour un barreau de diamètre 16 mm et de teneur comprise entre 35 et 50 at. % :

- Epaisseur de la gaine au début du laminage environ 2 mm,
- Préchauffage de l'échantillon et de sa gaine pendant 15' à la température de laminage de l'ordre de 1000° C,
- Profondeur des passes variable : de 7 mm au début elles sont réduites à 0,5 mm pour les dernières passes et même moins dans le cas de feuillards très minces (0,1 mm),
- Réchauffage de 2 minutes entre chaque passe.

La température au-dessus de laquelle le laminage permet d'obtenir une bande laminée de bonne qualité c'est-à-dire sans fissure dépend de la teneur en zirconium mais est généralement voisine de 1000° sauf pour un alliage Fe-Al 40 non allié dont le laminage même à 1100° ne conduit pas à un résultat correct.

Ainsi est-il possible de laminier jusqu'à une épaisseur de 0,5 mm et même moins des alliages à forte teneur en aluminium en respectant certains impératifs d'élaboration et de laminage comme le gainage et la température de recristallisation instantanée.

Des éprouvettes de traction plates ont été découpées dans des Fe-Al 40 - Zr 0,1. Cependant un alliage Fe-Al 40 sans addition ainsi élaboré et laminé jusqu'à une épaisseur de 1 mm n'a pas une cohésion intergranulaire suffisante pour qu'il soit possible de découper des éprouvettes de traction. Cela sera par contre possible si nous effectuons un filage après l'élaboration.

b) Filage : il est possible même pour des alliages à forte teneur si l'on respecte les deux conditions nécessaires suivantes et déjà rencontrées pour le laminage :

- température de filage suffisante pour que la recristallisation soit instantanée,
- gainage de l'échantillon pour avoir une meilleure répartition des efforts et empêcher les brusques variations de température à la surface de la billette en cours de transformation.

Le filage s'effectue alors de la manière suivante :

- Elaboration de billettes de Fe-Al 40, de diamètre 55 mm à partir de fer Armco et de fer électrolytique avec ou sans zirconium,
- gainage de la billette,
- préchauffage de 2 heures à 400° suivi d'un chauffage de 15 minutes à 960°,
- filage à la vitesse de 2 m/s ; taux de réduction 5,5
- refroidissement sous gaine et dégainage.

Le choix des températures et des taux de réduction résulte d'un compromis ; comme nous l'avons déjà dit la température doit être suffisamment élevée pour qu'il y ait recristallisation ins-

tantanée en cours de filage ; cependant si la température est trop élevée le grain final est plus gros, ce qui est défavorable à la fois pour l'état de surface des produits filés et pour leurs propriétés mécaniques.

Nous avons pu ainsi filer des alliages Fe-Al 40, avec et sans addition de zirconium sous forme de largets et de ronds.

Les alliages au Zr ont une grosseur de grain de 20 à 50 μ ; ceux sans addition une dimension de 150 à 200 μ (figures 14 et 15).

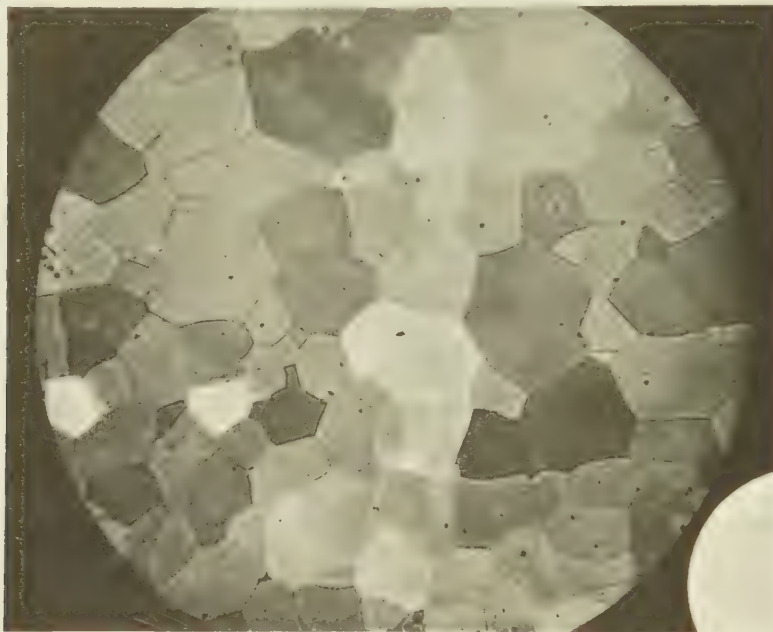


Figure 14 - 40 at % Al ; 0,1 % Zr L P. Grosseur moyenne du grain après filage et revenu une heure à 700°C. X 100.

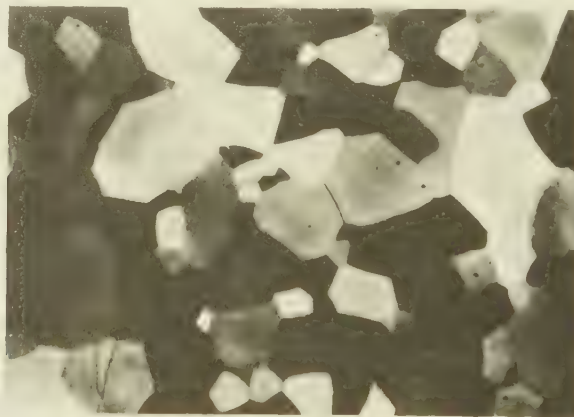


Figure 15 - 39,90 at. % Al. L P. Grosseur moyenne du grain après filage et revenu une heure à 700°C. X100

L'affinage du grain dans les produits filés permet la fabrication d'éprouvettes d'essais plates ou cylindriques ou de pièces de différentes formes même avec les alliages sans zirconium ; leur usinage ne nécessite pas d'autre précaution que l'utilisation d'outils à pastilles de carbure de tungstène. Ainsi nous avons pu après filage préparer des éprouvettes de traction de Fe-Al 40 par usinage au tour ce qui est impossible sur les produits directement laminés après élaboration et sans addition de Zr.

Des essais de traction comparatifs ont été faits sur des échantillons sans zirconium et avec 0,1 % de Zr. Les alliages avec Zr ont des propriétés supérieures à ceux sans addition en particulier

ils ont à la température ambiante un allongement de 8 à 10 % au lieu de 3 à 4 environ. La figure 16 montre l'évolution des caractéristiques mécaniques en fonction de la température d'un alliage à 0,1 % de Zr.

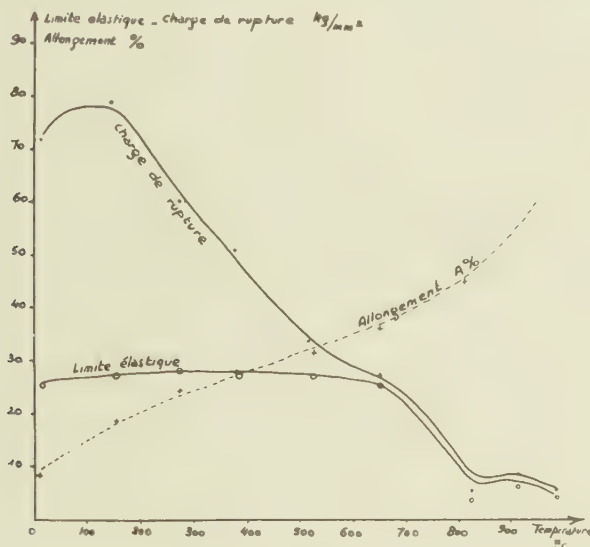


Figure 16 - Caractéristiques mécaniques d'un alliage Fe Al 40 - Zr 0,1.

Les mêmes conditions d'élaboration, fusion et transformation ont été utilisées pour les alliages de composition plus faible qui sont de toute façon plus faciles à préparer puisque beaucoup moins fragiles et même ductiles dès la température ambiante pour les teneurs inférieures à 20 at. %.

En agissant ainsi sur les conditions d'élaboration : diminution de la température de coulée, addition d'affinants comme le zirconium, blocage du carbone par une valeur convenable du rapport Zr/C (voisine de l'unité) emploi de matériaux de haute pureté ... nous avons réduit considérablement la fragilité intergranulaire des alliages fer-aluminium et avons pu transformer par laminage et filage des alliages à teneur en aluminium supérieure à 30 at. %, ce qui à notre connaissance n'avait pas été fait jusque là. Nous pensons aussi que c'est la première fois qu'un matériau de ce type, c'est-à-dire composé intermétallique sous-stoechiométrique et ordonné, a été mis en forme et présente à l'ambiante une déformation plastique notable.

Cependant les améliorations successives apportées dans l'élaboration et la transformation laissent subsister une certaine fragilité puisque la striction sur les éprouvettes de traction des alliages les plus ductiles, c'est-à-dire du type Fe-Al 40 Zr 0,1, n'apparaît qu'entre 300 et 400°.

Il existe donc une certaine fragilité résiduelle intergranulaire à la température ambiante mais elle est due surtout au fait que les mécanismes de déformation sont insuffisants ; le glissement ne se ferait à la température ambiante que sur le plan [110].

Les propriétés des alliages ainsi améliorés sont en rapport avec la structure ordonnée de la solution solide. Pour mieux comprendre les phénomènes d'ordre nous avons entrepris une étude systématique des propriétés mécaniques, élastiques et plastiques, des alliages binaires fer-aluminium de 0 à plus de 40 at. % sans autre addition que l'aluminium. En effet, nous nous sommes surtout intéressés à l'influence de la température sur la formation de l'ordre et la fragilité résiduelle intergranulaire n'est pas gênante et disparaît rapidement dès que la température s'élève au-dessus de l'ambiante.

CHAPITRE II

PROPRIÉTÉS ÉLASTIQUES ET PLASTIQUES DE 0 A 40 AT. %

L'étude des propriétés mécaniques des alliages fer-aluminium est intéressante d'un point de vue théorique par suite du comportement complexe de ces alliages ; nous avons déjà vu les difficultés soulevées lors de l'élaboration par la fragilité intergranulaire.

Nous allons maintenant nous intéresser aux propriétés des alliages fer-aluminium tant dans le domaine élastique que plastique.

Nous décrirons d'abord les méthodes expérimentales utilisées pour déterminer le module élastique et les caractéristiques mécaniques.

Nous analyserons ensuite les données expérimentales obtenues.

A - METHODES EXPERIMENTALES

Les méthodes expérimentales employées consistent :

1/ à étudier les conditions de mise en résonance d'échantillons cylindriques et d'en déduire ensuite le module élastique,

2/ à enregistrer les courbes effort-déformation d'alliages de compositions différentes dans des conditions variées de température et de vitesse, ce qui nous donnera les caractéristiques mécaniques.

I - MESURE DU MODULE ELASTIQUE ET ETUDE DES CONDITIONS DE MISE EN RESONANCE

1 - Principe de la méthode

Les conditions de mise en résonance d'éprouvettes cylindriques permettent de calculer le module d'élasticité.

La méthode est basée sur la possibilité d'engendrer des vibrations longitudinales dans une éprouvette par l'action d'ondes ultra-sonores et le calcul du module est basé sur la relation entre la vitesse de propagation V d'une onde longitudinale dont le module d'élasticité est E et la densité ρ :

$$V = \frac{E}{V\rho} \quad (1)$$

Si l'éprouvette de longueur l vibre en demi-onde à la fréquence N_0 (figure 17), la longueur d'onde λ est :

$$\lambda = 2 l = \frac{V}{N_0} \quad (2)$$

Et en combinant (1) et (2)

$E = 4 \rho l^2 N_0^2$

(3)

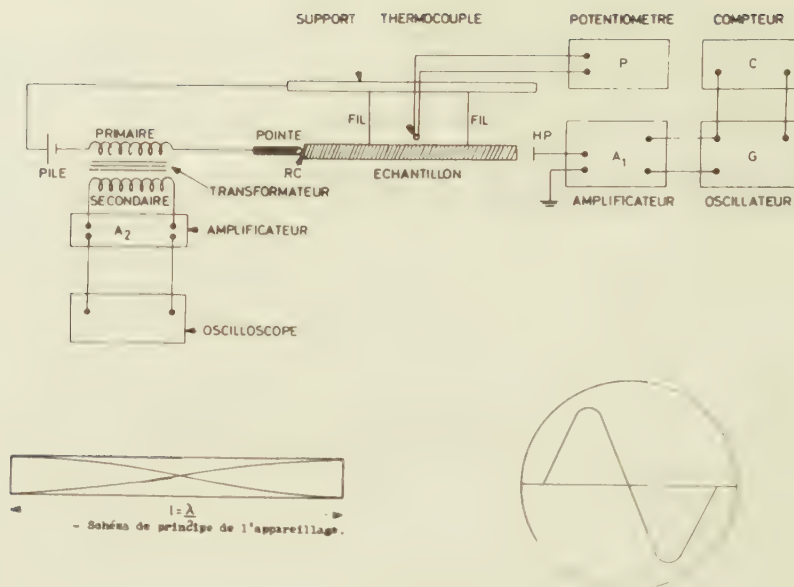


Figure 17 -

C'est cette relation que nous utiliserons par la suite.

Dans cette formule il n'est pas tenu compte du fait que l'éprouvette en vibration longitudinale se dilate et se contracte alternativement suivant son rayon.

Pour une éprouvette cylindrique le calcul exact donne :

$$E = 4 \rho l^2 N_o^2 \left(1 + \frac{2 \pi^2 \sigma^2 r^2}{\lambda} \right) \quad (4)$$

σ : coefficient de Poisson,

r : rayon de l'éprouvette,

λ : longueur d'onde de la vibration stationnaire de la barre.

Cependant lorsque la longueur de l'éprouvette est très grande par rapport à son diamètre, la quantité

$$\frac{2 \pi \sigma r}{\lambda}$$

est négligeable ($\lambda = 2 l$).

C'est ce que nous supposerons par la suite de nos calculs pour les échantillons dont les dimensions sont approximativement les suivants :

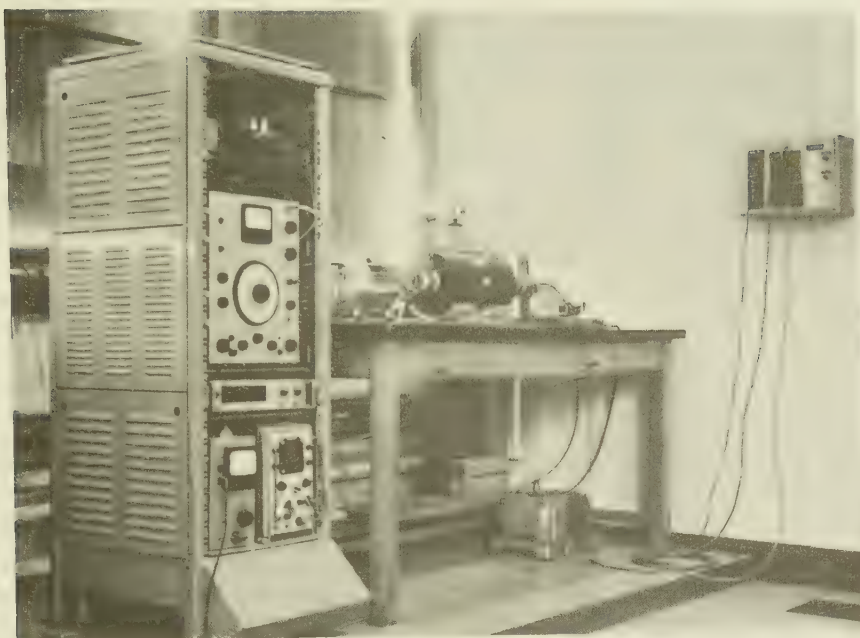
$$l = 100 \text{ mm}$$

$$\phi = 8 \text{ mm}$$

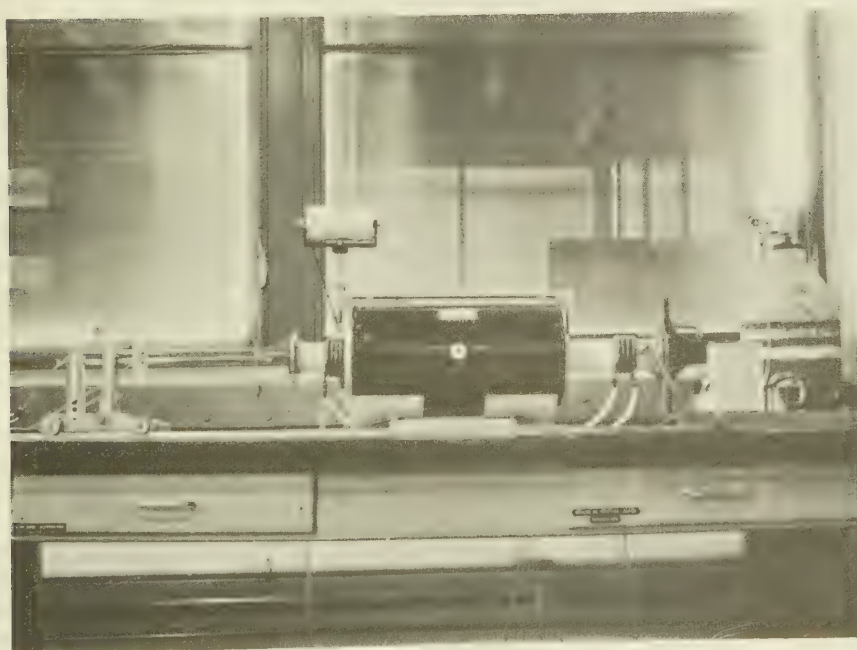
La figure 17 donne le schéma du montage qui comprend :

- un haut-parleur spécial HP Ionovac qui reçoit la tension amplifiée A d'un générateur E hétérodyne basse fréquence et émet des ultra-sons produisant des ondes longitudinales dans l'éprouvette par l'intermédiaire du milieu ambiant ; celui-ci étant l'air à la température ambiante et l'argon à partir de 200° ou 300° C environ.

Le haut-parleur Ionovac agit directement sur le milieu (air ou argon) où se propage le son, sans intervention d'aucun diaphragme mobile ; il est basé sur le principe suivant : de l'air contenu dans une cellule de quartz et communiquant avec la section d'un pavillon acoustique FILM et RADIO est ionisé à un niveau élevé. Le signal envoyé par le générateur G module l'amplitude de la tension d'ionisation ce qui produit une variation du niveau d'ionisation ; ces variations se traduisent par des compressions ou des dilatations de l'air présent à l'entrée du pavillon et il y a émission d'ondes sonores. Le pavillon couple cette source sonore à l'air ambiant et permet une distribution homogène de l'énergie acoustique.



a)



b)

Figure 18 - Vue de l'appareillage. a) ensemble ; b) détail.

Il présente par rapport aux autres haut-parleurs à diaphragmes électrostatique ou à chambre de compression l'avantage de ne pas comporter de diaphragme ; celui-ci possède toujours une certaine masse, donc une certaine inertie qui s'oppose à une transmission fidèle et empêche d'atteindre des fréquences élevées très supérieures à 20 000 cycles/s par exemple.

Enfin, il supprime certaines sujétions rencontrées avec les méthodes magnétiques ou piézo-électriques à savoir : nécessité d'un échantillon ferro-magnétique ou obligation de coller un quartz à l'éprouvette, ce qui présente des difficultés en particulier pour les études en température.

L'échantillon est supporté par deux petits fils, conducteurs et souples pour ne pas entraver les vibrations (FÖRSTER 1938), fixés à un support également conducteur.

Un circuit récepteur comprend une pile (4,5 V), le primaire d'un transformateur de faible résistance d'entrée (158) ; ce circuit se ferme sur l'échantillon par une pointe de graphite et les deux fils conducteurs précédents fixés au support.

A la résonance l'échantillon se dilate et se contracte et il en résulte une variation de la résistance de contact R, graphite-échantillon, qui se traduit par une variation du courant dans le circuit récepteur et finalement une variation de tension aux bornes du primaire.

Cette variation est reprise aux bornes du secondaire du transformateur, amplifiée et envoyée à l'entrée d'un oscilloscope.

L'ensemble support, pointe de graphite, échantillon est mis dans un four A.D.A.M.E.L. à régulation automatique.

Un thermocouple, relié à un potentiomètre P, indique la température à l'intérieur du four.

Lorsque l'échantillon est à la résonance, l'amplitude du signal donné par le transformateur est maximum et il est possible d'observer sur l'oscilloscope une sinusoïde d'amplitude également maximale. Au contraire en l'absence de signal il n'y a pas de sinusoïde et seulement un trait horizontal.

La fréquence de résonance de l'échantillon qui est la même que celle des ultra-sons est lue sur un compteur électronique C.

La figure 18 montre une vue d'ensemble de l'appareillage.

2 - Avantages de cette méthode

Les avantages du procédé dynamique par rapport aux mesures statiques sont nombreux :

- mise en oeuvre simple et rapide,
- méthode de mesure non destructrice ce qui est intéressant pour des alliages comme le fer-aluminium dont les méthodes d'élaboration, de transformation et d'usage sont délicates pour les fortes teneurs ; possibilité également d'utiliser le même échantillon pour toute une série de mesures,
- il est plus facile d'opposer des valeurs dynamiques de module d'élasticité que de comparer des courbes de traction pour lesquelles il est possible de définir de nombreux modules conventionnels.

II - ENREGISTREMENT DES COURBES EFFORT-DEFORMATION

Pour cela nous avons utilisé une machine de traction Wolpert-Testwell, modèle ZRE 500, à enregistrement électronique des charges. Ce système très sensible et son temps de réponse très faible permet d'obtenir des enregistrements même lorsque se produisent de très petits changements de charges pendant des temps très courts comme c'est le cas pour le phénomène Portevin-Le Chatelier.

III - PREPARATION DES ECHANTILLONS

Les cylindres, pour l'étude du module d'élasticité, et les éprouvettes de traction (figure 19) sont usinés au tour à partir de ronds de diamètre 10 mm, filés suivant les procédés déjà décrits.

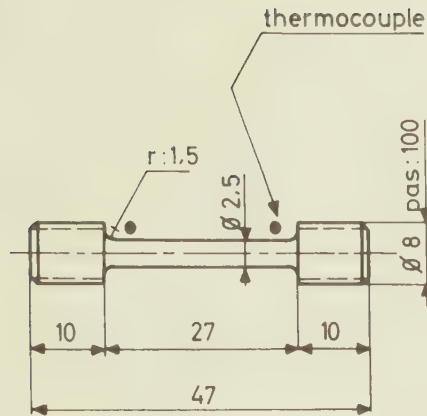


Figure 19 - Epreuve de traction cylindrique.

Après cet usinage tous les échantillons, quelle que soit la composition de l'alliage, sont portés 1 heure à 700° et refroidis à la vitesse de 30° C par heure ; ce refroidissement lent a pour but de permettre l'établissement de l'ordre Fe_3Al ou Fe-Al ; de plus, à 700° le grain ne grossit pas encore.

L'aspect micrographique est visible sur la figure 15 ; la grosseur du grain semble après filage indépendante de la composition.

Une dissolution électrolytique suit le traitement thermique des éprouvettes de traction ; elle enlève les micro-fissures qui auraient pu se produire pendant l'usinage et qui pourraient entraîner des ruptures prématurées au cours des essais ; l'épaisseur enlevée est de l'ordre de $3/10$ à $4/10$ mm sur le diamètre.

Chaque éprouvette de traction est ensuite portée à la température à laquelle l'essai doit être effectué et maintenue une heure à cette température.

Deux thermocouples disposés, comme l'indique la figure 19, montrent que le gradient thermique le long de la partie utile de l'éprouvette est négligeable.

La vitesse de traction est la même pour tous les essais et fixée à $1,4 \cdot 10^{-3}$ s.

Les échantillons de module d'élasticité sont portés dans le sens des températures croissantes à la vitesse de 60° /heure, jusqu'à la température à laquelle on désire effectuer une mesure ; puis maintenus à cette température jusqu'à ce que la fréquence de résonance soit constante ce qui nécessite encore 15 minutes dans les cas les plus longs.

B - RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSSION

I - ETUDE DYNAMIQUE DU MODULE D'ELASTICITE

Les tableaux III à XXI, les figures 20, 21, 22 donnent les variations de E en fonction de la température ; les courbes de la figure 23 représentent les isothermes de E en fonction de la teneur en aluminium pour les quatre températures de 20, 300, 500 et 600° C.

Tableau IV

Alliage 2 - 8,50 atomes % d'aluminium

t °C	γ g/cm ³	$\frac{1}{m}$ cm	N ₁	E kg/mm ²
20	7,55	9,98	23610	17094
45	7,55	9,98	24010	17094
80	7,55	9,98	23515	16950
105	7,55	9,98	23373	16740
165	7,55	9,98	23340	16412
200	7,55	9,98	23030	16258
220	7,55	9,98	22960	16160
255	7,55	9,98	22814	15950
295	7,55	9,98	22550	15590
325	7,55	9,98	22416	15390
325	7,55	9,98	22256	15185
390	7,55	9,98	22167	15063
425	7,55	9,98	22843	14620
460	7,55	9,98	21771	14320
485	7,55	9,98	21634	14350
513	7,55	9,98	21452	14104
545	7,55	9,98	21202	13775
590	7,55	9,98	20832	13300
600	7,55	9,98	20698	13130
610	7,55	9,98	20610	13023

Tableau III

Alliage 1 - 0,080 atomes % d'aluminium

t °C	γ g/cm ³	$\frac{1}{m}$ cm	N ₁	E kg/mm ²
20	7,80	9,846	26710	22014
70	7,80	9,846	26609	21849
100	7,80	9,846	26485	21640
205	7,80	9,846	26122	21058
260	7,80	9,846	25876	20657
300	7,80	9,846	25680	20354
400	7,80	9,846	25112	19451
450	7,80	9,846	24840	19035
505	7,80	9,846	24538	18575
525	7,80	9,846	24350	18290
580	7,80	9,846	24014	17790
610	7,80	9,846	23768	17429

Tableau VI

Alliage 4 - 15,20 % en atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N ₁	E kg/mm ²
20	7,20	9,982	22 500	14 800
35	7,20	9,982	22 487	14 786
55	7,20	9,982	22 444	14 735
75	7,20	9,982	22 407	14 680
110	7,20	9,982	22 330	14 582
145	7,20	9,982	22 242	14 465
165	7,20	9,982	22 183	14 390
205	7,20	9,982	22 073	14 245
256	7,20	9,982	21 898	14 026
290	7,20	9,982	21 800	13 894
310	7,20	9,982	21 742	13 820
350	7,20	9,982	21 695	13 763
385	7,20	9,982	21 630	13 682
420	7,20	9,982	21 652	13 711
465	7,20	9,982	21 757	13 710
470	7,20	9,982	21 638	13 697
495	7,20	9,982	21 577	13 616
510	7,20	9,982	21 537	13 565
532	7,20	9,982	21 402	13 400
540	7,20	9,982	21 363	13 346
555	7,20	9,982	21 270	13 230
575	7,20	9,982	21 140	13 068
595	7,20	9,982	21 024	12 930
605	7,20	9,982	20 924	12 820
620	7,20	9,982	20 836	12 695
630	7,20	9,982	20 724	12 556

Tableau V

Alliage 3 - 9,40 atomes % d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N ₁	E kg/mm ²
20	7,42	9,26	23 400	16 510
45	7,42	9,26	23 395	16 360
71	7,42	9,26	23 315	16 195
250	7,42	9,26	22 670	15 368
290	7,42	9,26	22 560	15 220
310	7,42	9,26	22 472	15 100
330	7,42	9,26	22 400	15 004
350	7,42	9,26	22 309	14 883
390	7,42	9,26	22 151	14 673
410	7,42	9,26	22 040	14 526
435	7,42	9,26	21 859	14 288
455	7,42	9,26	21 764	14 164
475	7,42	9,26	21 638	10 000
505	7,42	9,26	21 420	13 720
540	7,42	9,26	21 172	13 404
555	7,42	9,26	21 021	13 214
570	7,42	9,26	20 897	13 060
600	7,42	9,26	20 630	12 727
635	7,42	9,26	20 207	12 285
650	7,42	9,26	20 109	12 090
675	7,42	9,26	19 800	11 720

Tableau VII

Alliage 5 - 21,30 % en atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N ₁	E kg/mm ²
20	6,92	9,864	24 242	16 155
75	6,92	9,864	24 043	15 903
130	6,92	9,864	23 918	15 732
195	6,92	9,864	23 784	15 597
245	6,92	9,864	23 616	15 337
295	6,92	9,864	23 398	15 065
345	6,92	9,864	23 225	14 845
400	6,92	9,864	23 035	14 599
460	6,92	9,864	22 804	14 303
500	6,92	9,864	22 570	14 045
510	6,92	9,864	22 475	13 890
525	6,92	9,864	22 369	13 761
550	6,92	9,864	22 183	13 541
615	6,92	9,864	21 728	12 980

Tableau VIII

Alliage 6 - 21,85 % en atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N ₁	E kg/mm ²
20	6,90	9,920	23 030	14 680
20	6,90	9,920	22 965	14 600
60	6,90	9,920	22 933	14 550
80	6,90	9,920	22 863	14 466
115	6,90	9,920	22 766	14 350
155	6,90	9,920	22 653	14 200
195	6,90	9,920	22 483	14 000
230	6,90	9,920	22 384	13 870
280	6,90	9,920	22 240	13 690
330	6,90	9,920	22 086	13 503
360	6,90	9,920	22 035	13 440
390	6,90	9,920	21 957	13 344
435	6,90	9,920	21 937	13 325
450	6,90	9,920	21 903	13 282
495	6,90	9,920	21 688	13 020
545	6,90	9,920	21 364	12 486
593	6,90	9,920	21 000	12 209
610	6,90	9,920	20 748	11 940

Alliage 8 - 24,80 % en atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N ₁	E kg/mm ²
20	6,72	9,636	22 463	12 590
452	6,72	9,636	21 317	11 561
493	6,72	9,636	21 250	11 489
523	6,72	9,636	21 235	11 472
538	6,72	9,636	21 225	11 462
551	6,72	9,636	21 175	11 408
565	6,72	9,636	21 106	11 334
579	6,72	9,636	21 047	11 270
590	6,72	9,636	20 995	11 215

Tableau XI

Alliage 9 - 26,44 % en atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N ₁	E kg/mm ²
20	6,62	9,854	22 379	13 127
157	6,62	9,854	21 822	12 481
395	6,62	9,854	21 260	11 847
440	6,62	9,854	21 268	11 856
460	6,62	9,854	21 197	11 777
476	6,62	9,854	21 148	11 722
491	6,62	9,854	21 094	11 662
507	6,62	9,854	21 050	11 614
525	6,62	9,854	21 000	11 560
543	6,62	9,854	20 980	11 537
548	6,62	9,854	20 961	11 516
553	6,62	9,854	20 950	11 504
595	6,62	9,854	21 365	11 964
613	6,62	9,854	20 762	11 298

Tableau IX

Alliage 7 - 23,90 % atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N ₁	E kg/mm ²
20	6,78	9,940	20 550	12 063
445	6,78	9,940	19 980	10 903
465	6,78	9,940	20 047	10 996
495	6,78	9,940	20 081	10 013
500	6,78	9,940	20 085	11 018
510	6,78	9,940	20 100	11 034
515	6,78	9,940	20 109	11 045
520	6,78	9,940	20 119	11 055
530	6,78	9,940	20 127	11 064
535	6,78	9,940	20 123	11 060
540	6,78	9,940	20 098	11 032
550	6,78	9,940	20 041	10 970
570	6,78	9,940	19 932	10 850
590	6,78	9,940	19 827	10 736
600	6,78	9,940	19 794	10 700

Tableau XII

Alliage 10 - 30,50 % atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N _i	E kg/mm ²
20	6,44	9,920	24665	15720
140	6,44	9,920	23995	14880
180	6,44	9,920	23738	14560
215	6,44	9,920	23509	14280
230	6,44	9,920	23409	14160
255	6,44	9,920	23277	14000
280	6,44	9,920	23097	13785
310	6,44	9,920	22917	13571
330	6,44	9,920	22791	13422
350	6,44	9,920	22631	13234
370	6,44	9,920	22503	13085
375	6,44	9,920	22466	13042
410	6,44	9,920	22257	12800
435	6,44	9,920	22124	12648
457	6,44	9,920	21982	12486
487	6,44	9,920	21813	12295
496	6,44	9,920	21754	12228
510	6,44	9,920	21653	12115
525	6,44	9,920	21562	12013
540	6,44	9,920	21463	11903
560	6,44	9,920	21348	11776
580	6,44	9,920	21223	11639
600	6,44	9,920	21089	11492
625	6,44	9,920	20946	11337

Tableau XIII

Alliage 11 - 31,75 % en atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N _i	E kg/mm ²
20	6,40	10	25047	16370
45	6,40	10	24890	16166
60	6,40	10	24808	16060
80	6,40	10	24707	15930
105	6,40	10	24750	15754
175	6,40	10	24150	15218
220	6,40	10	23835	14825
260	6,40	10	23582	14512
285	6,40	10	23364	14245
320	6,40	10	23140	13973
370	6,40	10	22812	13579
405	6,40	10	22590	13317
445	6,40	10	22332	13014
480	6,40	10	22066	12706
490	6,40	10	22005	12636
500	6,40	10	21969	12594
510	6,40	10	21890	12505
525	6,40	10	21814	12417
535	6,40	10	21744	12338
545	6,40	10	21672	12256
560	6,40	10	21568	12140
580	6,40	10	21450	11006
595	6,40	10	21350	12895
610	6,40	10	21243	11776
615	6,40	10	21217	11747
631	6,40	10	21134	11655

Tableau XIV

Alliage 12 - 33 % en atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N _I	E kg/mm ²
20	6,35	10	26 940	18 780
35	6,35	10	26 903	18 740
50	6,35	10	26 833	18 642
80	6,35	10	26 688	18 441
125	6,35	10	26 421	18 074
160	6,35	10	26 172	17 735
190	6,35	10	25 906	17 376
220	6,35	10	25 684	17 080
275	6,35	10	25 309	16 585
300	6,35	10	25 100	16 312
345	6,35	10	24 750	15 860
425	6,35	10	24 200	15 163
455	6,35	10	23 971	14 873
485	6,35	10	23 768	14 626
515	6,35	10	23 540	14 347
550	6,35	10	23 297	14 067
570	6,35	10	23 133	13 855
590	6,35	10	22 987	13 680
625	6,35	10	22 787	13 444
640	6,35	10	22 883	13 557

Tableau XV

Alliage 13 - 34,10 % en atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N _I	E kg/mm ²
20	6,30	9,940	30 200	23 147
35	6,30	9,940	30 167A	23 096
50	6,30	9,940	30 111	23 011
75	6,30	9,940	29 997	22 830
95	6,30	9,940	29 891	22 675
125	6,30	9,940	29 716	22 411
160	6,30	9,940	29 506	22 095
210	6,30	9,940	29 151	21 567
240	6,30	9,940	28 927	21 237
270	6,30	9,940	28 700	20 905
330	6,30	9,940	28 283	20 302
365	6,30	9,940	27 995	19 890
400	6,30	9,940	27 748	19 541
430	6,30	9,940	27 520	19 221
465	6,30	9,940	27 264	18 865
510	6,30	9,940	26 907	18 374
550	6,30	9,940	26 766	18 182
560	6,30	9,940	26 539	17 875

Tableau XVI

Alliage 14 - 39,90 % en atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N ₁	E kg/mm ²
20	5,96	9,600	30850	21310
50	5,96	9,882	29720	20982
65	5,96	9,882	29302	20676
150	5,96	9,865	29106	20061
190	5,96	9,882	28640	19490
240	5,96	9,865	28371	19057
300	5,96	9,882	27898	18492
365	5,96	9,882	27502	17969
400	5,96	9,882	27137	17503
445	5,96	9,882	26706	16946
525	5,96	9,882	26345	16488
640	5,96	9,600	25511	15324
680	5,96	9,600	25923	15050
700	5,96	9,600	25749	14848
760	5,96	9,600	25144	14160

Tableau XVII

Alliage 16 - 44 % en atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N ₁	E kg/mm ²
20	6,31	9,970	28407	20628
50	6,31	9,900	28332	20359
100	6,31	9,900	28045	19852
150	6,31	9,900	27762	19452
200	6,31	9,900	27380	18930
250	6,31	9,900	27073	18500
300	6,31	9,900	26751	18066
350	6,31	9,900	26358	17551
400	6,31	9,930	26061	17254
450	6,31	9,900	26594	16534
500	6,31	9,930	25341	16362
600	6,31	9,930	24491	15233

Tableau XVIII

Alliage 16 - 44 % en atomes d'aluminium

t° C	ρ g/cm ³	l cm	N ₁	E kg/mm ²
20	5,75	5,130	59565	22200

Tableau XIX

Alliage 1 - 0,08 % en atomes d'aluminium
Courbe dérivée

ϑ_1 °C	$E_1 - E_0$	$\theta_1 - \theta_0$	$\frac{E_1 - E_0}{\theta_1 - \theta_0}$
45	165	50	3,30
85	209	30	6,97
152,5	582	105	5,54
232,5	401	55	7,29
280	303	40	7,57
350	903	100	9,03
425	416	50	8,32
477,5	460	55	8,36
515	285	20	14,25
552,5	500	55	9,1
595	361	30	12,03

Tableau XX

Alliage 3 - 0,40 % en atomes d'aluminium
Courbe dérivée

ϑ_1 °C	$E_1 - E_0$	$\theta_1 - \theta_0$	$\frac{E_1 - E_0}{\theta_1 - \theta_0}$
32,5	150	25	6,0
58	165	26	6,34
161	827	179	4,62
270	148	40	3,7
300	120	20	6,0
320	96	20	4,8
340	121	20	6,05
370	210	40	5,25
400	147	20	7,35
422,5	238	25	9,52
445	124	20	6,20
465	164	20	8,20
490	280	30	9,33
527,5	316	35	9,03
547,5	190	15	12,7
562,5	154	15	10,3
585	333	30	11,1
617,5	442	35	12,6
642,5	195	15	13
662,5	370	25	14,8

Tableau XXI

Alliage 4 - 15,20 % en atomes d'aluminium
Courbe dérivée

T_m °C	$E_1 - E_0$	$\nu_1 - \nu_0$	$\frac{E_1 - E_0}{\nu_1 - \nu_0}$
27,5	14	15	- 1
45	51	20	- 2,55
65	55	20	- 2,75
92,5	98	35	- 2,8
127,5	117	35	- 3,34
155	75	20	- 3,75
185	145	40	- 3,625
230	219	51	- 4,29
273	132	34	- 3,88
300	74	20	- 3,7
330	57	40	- 1,425
367,5	81	35	- 2,3
402,5	+ 29	35	+ 0,83
442,5	- 1	45	0
467,5	13	5	
482,5	81	25	- 3,24
502,5	51	15	- 3,4
521	-165	22	- 7,5
536	54	8	- 6,75
547,5	116	15	- 7,7
565	162	20	- 8,1
585	138	20	- 6,9
600	110	10	-11
612,5	125	15	- 8,3
625	139	10	-13,9

Nous allons d'abord discuter pour chaque teneur envisagée les formes des courbes de module d'élasticité ; nous étudierons ensuite les isothermes.

1 - Variation du module avec la température

Nous envisageons successivement les teneurs figurant au tableau II

- Domaine α (figure 20)

- 0,08 - 8,50 et 9,40 at. % d'Al : le module d'élasticité décroît en fonction de la température ; les courbes tournent leur convexité vers l'axe des E positifs et leur variation est conforme à celle d'un alliage désordonné ne présentant pas de point de transformation.

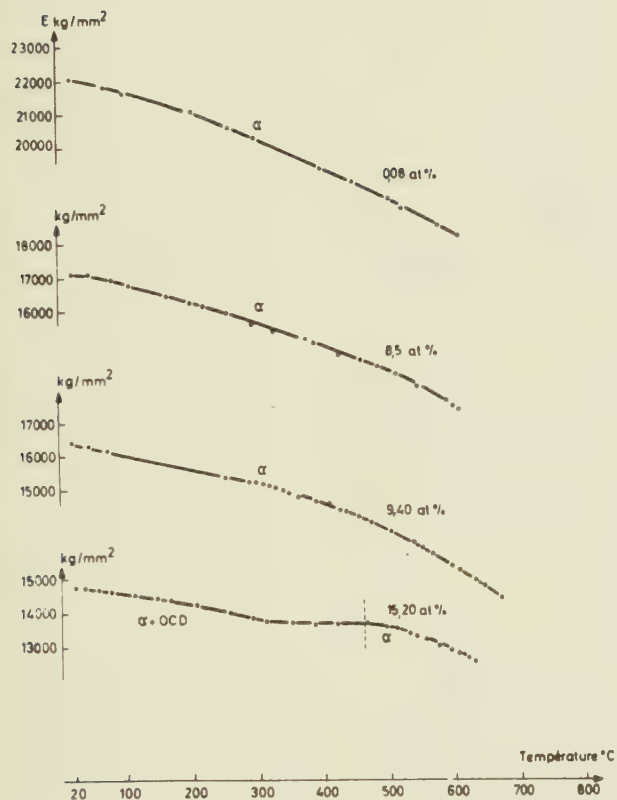


Figure 20 - Variation de E avec la température dans le domaine α .

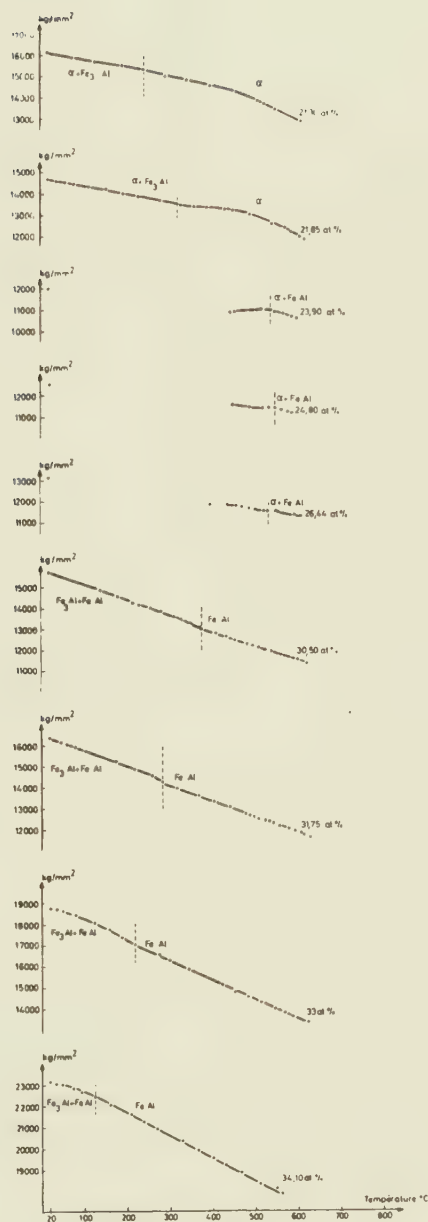


Figure 21 - Variation de E avec la température dans le domaine Fe_3Al .

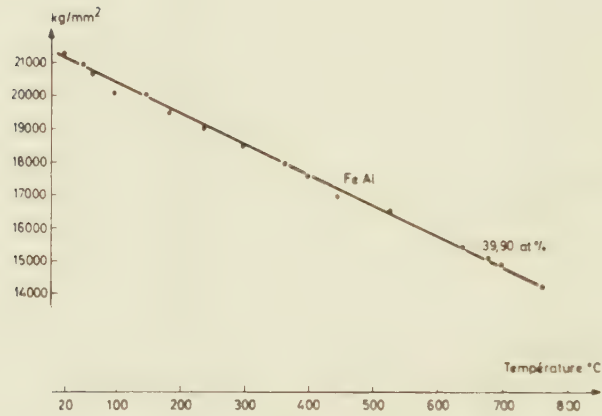
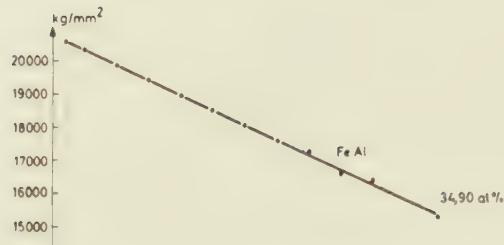


Figure 22 - Variation de E avec la température dans le domaine FeAl.



Figure 23 - Isothermes de E .

Tableau II

Composition des alliages et teneurs en impuretés

	% Al		C	N	S	P	Si
	atomes	poids	p.p.m	p.p.m	p.p.m	p.p.m	p.p.m
1	0,082	0,04	20	350	80	50	20
2	8,50	4,30	55	450	Néant	Néant	30
3	9,40	4,76	120	230	50	50	30
4	15,20	8	55	800			
5	17,70	9,40	70	290	<100	<20	<20
6	21,30	11,55	150	320			
7	21,85	11,90					
8	23,90	13,20	35	1200	200	Néant	20
9	24,80	13,75	180	500			
10	26,44	14,80	40	300	400	20	20
11	27,10	15,30	250	310	<20	<20	<100
12	28,60	16,20	30	300	20	20	<100
13	30,50	17,60	22	1900	Néant	Néant	20
14	31,75	18,35	20	1700	Néant	Néant	20
15	33	19,25	170	1600	<200	<20	10
16	34,10	20,06	<20	350	<200	<20	10
17	34,90	20,60	60	300	100	40	30
18	38,20	23,10	40	600	20	50	70
19	39,90	24,30	40	350	80	40	30
20	44	27,50	120	100	50	20	20

- 15,20 at. % d'Al : la courbe présente plusieurs portions distinctes : de 0 à 310° la variation est sensiblement linéaire mais à partir de 310° et jusqu'à 460° la décroissance est moins rapide ; si nous nous reportons alors au diagramme de LAWLEY et CAHN (1961) nous aurions de 20 à 460° un ordre à courte distance mais à partir de 300° l'influence relative de l'ordre à courte distance sur les liaisons donc sur E devient prépondérante et explique l'augmentation relative des valeurs de E. Au-dessus de la température critique de 460° l'ordre à courte distance a disparu et il ne reste plus que la solution α désordonnée : nous retrouvons alors une courbe qui tourne sa convexité vers les E positifs et la décroissance est assez rapide.

Le palier entre 310 et 460° peut être dû aussi à la remise en solution solide d'une impureté. La diminution de la susceptibilité magnétique de l'échantillon, qui se traduit en général par une augmentation du module est difficilement envisageable car nous sommes encore très loin de la température de Curie.

Les courbes dérivées (figure 24), tracées pour les trois alliages à - 0,08 - 9,4 et 15,2 at. % d'aluminium, confirment l'influence de l'ordre à courte distance ; la dispersion des points est due au fait que l'écart de température entre deux points est faible.

De 150 à 400° le module de l'alliage à 9,4 at. % d'Al baisse moins vite quand la température croît que celui de l'alliage à 0,08 at. % ce qui pourrait mettre en évidence un début de l'influence de l'ordre à courte distance.

Pour l'alliage à 15,2 at. % il y a trois anomalies :

- faible variation de 20 à 200°,
- beaucoup plus faible variation de 300 à 550°,
- léger retard à la variation "normale" entre 500 et 600°.

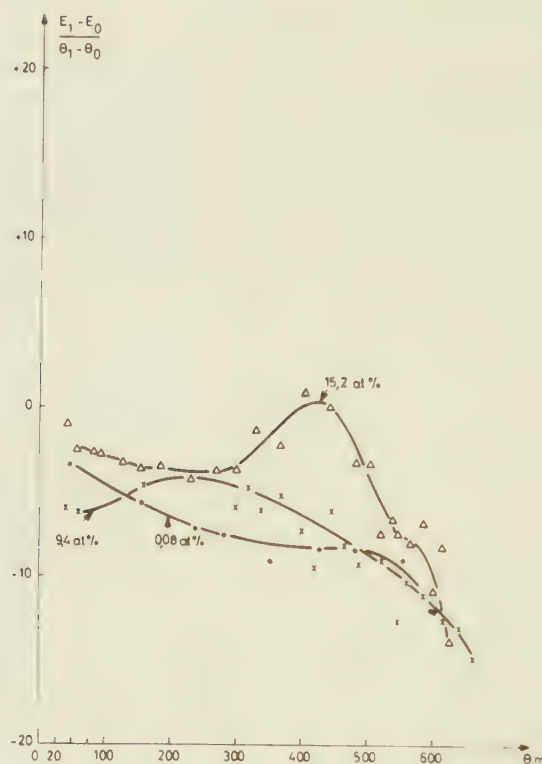


Figure 24 - Courbes dérivées de E pour les 3 compositions : 0,08 - 9,40 et 15,20 at %.

La formation d'un ordre à courte distance augmentant la proportion des liaisons Al-Fe (plus covalentes que Fe-Fe ou Al-Al) pourrait freiner la baisse du module quand la température croît. Cependant plusieurs sortes d'ordre à courte distance sont possibles suivant que l'on considère seulement les premiers voisins ou au contraire les premiers et seconds voisins.

- Domaine d'ordre Fe_3Al (figure 21)

Nous pensons pouvoir interpréter les résultats en partie en fonction des diagrammes mettant en évidence des domaines à deux phases dans la zone d'ordre Fe_3Al (TAYLOR et JONES, 1958) (LIHL et EBEL, 1961) (RIMLINGER, 1964) (KLODZYNSKI, 1965) (LÜTJERING et WARLIMONT, 1965) (GREGOIRE, 1964).

Les limites entre les différents diagrammes ne coïncident pas toujours ; ceci peut avoir plusieurs causes : états d'équilibre différents à cause de vitesses de refroidissement différentes et de méthodes expérimentales qui ne sont pas les mêmes et n'ont pas la même sensibilité.

De toute façon, il ne s'agit pas pour nous de construire un diagramme mais de voir seulement si nos résultats sont en rapport avec les diagrammes publiés.

- 21,30 at. % d'Al : la courbe présente deux parties distinctes : entre 20 et 195° il y aurait un mélange $\alpha + \text{Fe}_3\text{Al}$; au-dessus de 195° il resterait seulement α .

- 21,85 at. % d'Al : de 20 à 350° environ nous aurions un mélange $\alpha + \text{Fe}_3\text{Al}$ et au-dessus de 350° ne subsisterait que α ; la faible décroissance entre 350° et 450° pourrait être due à la présence d'ordre à courte distance.

- 23,90 - 24,80 et 26,44 at. % d'Al : il est très difficile d'enregistrer les courbes dans ce domaine ; cependant les trois courbes qui correspondent à chacun de ces trois alliages présentent un changement de pente vers 545° qui pourrait correspondre à la température de transformation $\text{Fe}_3\text{Al} \rightarrow \alpha + \text{Fe-Al}$. Le fait de trouver la même température pour chacune de ces compositions serait en faveur d'un palier horizontal. (LIHL et EBEL, 1961) (RIMLINGER, 1964) (KLODZYNSKI, 1965) (GREGOIRE, 1964).

Au-dessus de la température critique de 545° les variations de E en fonction de T sont linéaires alors qu'il n'en était pas ainsi à haute température pour les alliages à teneur plus faible qui donnaient des courbes dont la convexité était tournée vers le haut ; cette différence peut s'expliquer par la présence d'une zone biphasée $\alpha + \text{Fe-Al}$ au-dessus de la température critique pour les alliages à 23,90 - 24,80 et 26,44 at. % d'Al ; au contraire pour des teneurs plus faibles en aluminium il y aurait seulement le domaine monophasé α au-dessus de la température critique.

- 30,50 at. % d'Al : la courbe présente deux parties distinctes ; la première partie linéaire représentait la variation du module pour l'alliage constitué d'un mélange des deux phases $\text{Fe-Al} + \text{Fe}_3\text{Al}$; la deuxième partie linéaire obtenue au-dessus de 375° représenterait la variation du module de l'alliage à une seule phase Fe-Al ordonnée. Enfin, 375° serait la température critique d'existence de la solution ordonnée Fe_3Al pour cette composition.

- 31,75 - 33 et 34,10 at. % d'Al : l'interprétation est la même que pour 30,50 at. % . Chaque courbe est constituée de deux parties et les températures critiques sont respectivement de 285° , 225° et 125°C ; en-dessous de ces températures les variations représentent le module des alliages biphasés $\text{Fe}_3\text{Al} + \text{Fe-Al}$; au-dessus de la température critique, la variation est celle des alliages monophasés Fe-Al .

- Domaine d'ordre Fe-Al (figure 20)

- 34,90 et 39,90 at. % d'Al : les variations sont linéaires de 0 jusqu'au moins 600° conformément au diagramme qui ne met en évidence aucun point de transformation ni aucune anomalie.

Dans tous les essais précédents les résultats ont été enregistrés jusqu'à des températures qui varient d'un échantillon à l'autre ; il est en effet difficile de mettre l'échantillon en résonance et surtout de déterminer la fréquence de résonance avec précision à partir de températures voisines de 600° mais qui varient d'un alliage à un autre ; l'alliage à 39,90 at. % a été testé jusqu'à 750° environ.

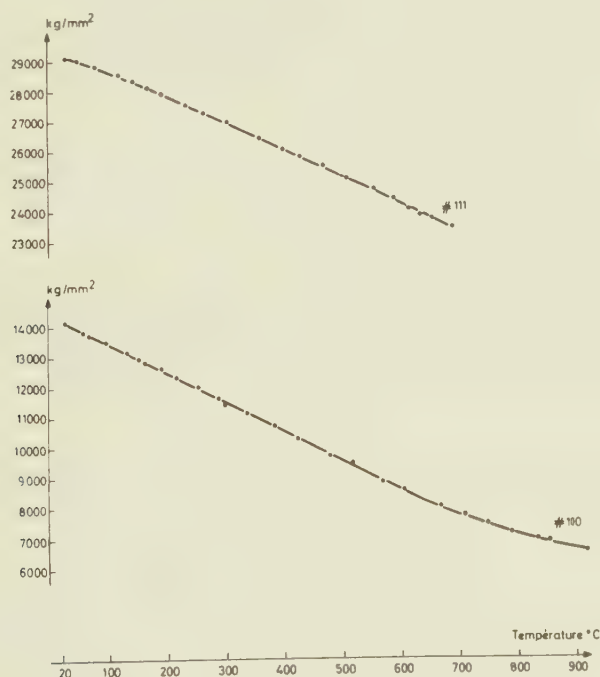


Figure 25 - Variation de E avec la température pour les monocristaux [111] et [100].

D'autre part, des monocristaux de Fe-Al 40 (figure 25) ont pu être testés jusqu'à 920° ; ils ont deux orientations différentes : [111] et [100] et leurs modules sont différents aussi : de l'ordre de 29 000 kg/mm^2 pour le premier et 14 000 kg/mm^2 pour le deuxième à 20°C . Dans la direction [111] les liaisons sont du type Fe-Al et dans la direction [100] elles sont du type Fe-Fe ou Al-Al ; cela signifierait que les liaisons Fe-Al sont plus rigides que les liaisons Fe-Fe ou Al-Al.

2 - Etude des isothermes

Les isothermes à 20, 300, 500 et 600° sont tracées sur la figure 23. Leur interprétation semble assez difficile puisqu'elles ont la même allure générale pour les différentes températures alors que des modifications importantes se produisent en particulier entre 500 et 600° pour les compositions entourant 25 at. % ; les différences qui devraient en résulter ne semblent pas apparaître.

- Décroissance de 0 à 10 at. %

GRÜNEISEN (1912) pense que le module d'élasticité d'un alliage dépend de la valeur de la constante paramétrique et a proposé qu'à une grande valeur de la constante paramétrique corresponde un faible module de Young. Il ne donne pas de relation quantitative mais dans notre cas, de même que le paramètre croît plus vite que ne l'indique la loi de Vegard, le module décroît plus rapidement que ne l'imposerait une loi linéaire. Cet effet peut contribuer à expliquer la décroissance que nous observons quand la teneur en aluminium augmente de 0 à 10 at. %.

- Minimum ou palier vers 15 at. %

A partir de 10 at. % la décroissance est moins rapide et cesse même à partir de 15 at. % où le module croît de nouveau ; or 10 at. % correspond à la limite de formation de l'ordre à courte distance mis en évidence par LAWLEY et CAHN (1961), ordre à courte distance dont le degré va en croissant jusqu'à la limite de séparation des domaines α , $\alpha + \text{Fe}_3\text{Al}$; l'augmentation relative peut être due alors à cet ordre à courte distance qui a un rôle durcissant en augmentant le nombre de liaisons du type Al-Fe. Cette explication valable pour 20 et 300° semble au premier abord insuffisante pour 500 et 600° puisque l'ordre à courte distance n'existe plus à ces températures sur le diagramme ; en réalité les auteurs précités se sont surtout intéressés à la formation d'ordre à courte distance par abaissement de la température ; cependant il y a probablement aussi formation d'ordre à courte distance même à 500 ou 600° quand la composition en aluminium augmente (HOUSKA, 1963) et que l'on approche du domaine biphasé $\alpha + \text{Fe-Al}$. Il y aurait ainsi un accroissement relatif du nombre des liaisons Al-Fe à 500 et 600° quand la teneur en aluminium augmente au-dessus de 10 at. % ; nous obtenons dans ces conditions des valeurs élevées de E à ces températures.

Il est possible aussi qu'il y ait diminution de la susceptibilité magnétique à 500 ou 600° pour des alliages de composition supérieure à 15 at. % ; on est malgré tout assez éloigné de la température de Curie.

- Décroissance à partir de 21,30 at. %

Jusqu'à 21,30 at. % l'ordre à courte distance est de plus en plus important et E croît ; dès que l'on atteint la frontière $\alpha + \text{Fe}_3\text{Al}$ on a un mélange de $\text{Fe}_3\text{Al} + \alpha_{\text{OCD}}$; or les études faites jusqu'ici par différents auteurs déjà cités montrent que E pour Fe_3Al seul est plus faible que pour les compositions proches ; en particulier :

$$E_{\text{Fe}_3\text{Al}} < E_{\text{OCD}}$$

Au fur et à mesure que nous augmentons la teneur en aluminium au-delà de 21 at. % la proportion de Fe_3Al augmente et :

$$E = \frac{\text{fonction } (E_{\text{Fe}_3\text{Al}} + E_{\text{OCD}})}{2}$$

décroît ; ceci expliquerait la diminution entre 21,3 et 15 at. %.

Cependant le creux subsiste à 600°, température à laquelle Fe_3Al a disparu et domaine dans lequel on aurait un mélange $\alpha + \text{Fe-Al}$; il faut malgré tout remarquer que le type de liaison pour Fe-Al à 25 at. % n'est peut être pas très différent de celui de Fe_3Al à 25 at. %. D'autre part nous pensons qu'avant d'entrer à 600° dans la zone $\alpha + \text{Fe-Al}$ il y a probablement formation d'un ordre à courte distance qui donne des valeurs élevées de E ; à partir de 21 at. %, cet ordre à courte distance est progressivement remplacé par la structure Fe-Al.

- Au-delà de 25 at. %

Il y a augmentation de E en fonction du % en at. d'Al mais cette augmentation de 25 à 31 at.% est d'autant plus faible que la température est élevée (500 et 600°).

Par contre entre 31 et 35 at. % l'augmentation de E est très rapide quelle que soit la température.

Tous les diagrammes fer-aluminium présentés par les différents auteurs sont d'accord sur la présence d'une seule phase ordonnée Fe-Al à 500 et 600° pour des compositions supérieures à 30 at. %. En réalité lors de l'établissement de ces diagrammes les expérimentateurs ont surtout cherché à mettre en évidence les structures ordonnées à longue distance Fe_3Al et Fe-Al et se sont moins intéressés à la présence éventuelle d'un ordre à courte distance plus difficile à observer.

Voyons ce qui peut se passer à partir de 25 at. % aussi bien à l'ambiante qu'à 600°. Plusieurs auteurs : LAWLEY et CAHN (1961), NEMNONOV et KOLOBVA (1958), RADCLIFFE, AVERBACH et COHEN (1961) montrent qu'à partir de 15 at. % environ il y a un changement progressif dans les liaisons tel que dans le domaine Fe-Al ordonné on ait à la fois des liaisons de type métallique et des liaisons covalentes ; il y a alors un accroissement relatif des liaisons Al-Fe et une diminution des liaisons Al-Al ou Fe-Fe.

L'augmentation des liaisons Al-Fe signifie qu'il y a une tendance pour les atomes de Fe à être entourés par des atomes d'Al.

Ainsi entre 25 et 50 at. % il y aurait une augmentation relative des liaisons Al-Fe plus rigides que les liaisons Fe-Fe ou Al-Al et cela se traduirait par des valeurs élevées du module d'élasticité.

Plus précisément entre 25 et 31 at. % il y a eu déjà un accroissement de ces liaisons Al-Fe mais leur proportion relative par rapport aux liaisons Al-Al ou Fe-Fe n'est pas suffisante, surtout à haute température vers 500 ou 600°, pour donner des valeurs plus élevées du module d'élasticité.

Au contraire entre 31 et 25 at. % les liaisons covalentes joueraient un rôle essentiel et plus important que les liaisons métalliques.

Ces résultats sont en accord avec les valeurs de E que nous obtenons sur des monocristaux ; en effet, comme nous l'avons déjà vu, le monocristal [111] (liaisons Al-Fe) donne pour E des valeurs très supérieures à celles obtenues avec le monocristal [100] (liaisons Fe-Fe ou Al-Al).

La discontinuité à 34 at. % n'est pas expliquée.

CONCLUSION

Les études de module d'élasticité des alliages fer-aluminium de 0 à 44 at. % et l'influence de la température nous conduisent aux conclusions suivantes :

1/ Dans le domaine α la décroissance en fonction de la température est telle que nous obtenons une courbe dont la convexité est tournée vers les E positifs,

2/ La présence d'un ordre à courte distance dans le domaine α , d'un ordre à longue distance, type Fe Al ou Fe_3Al , ou au contraire un mélange de deux phases conduit à une variation linéaire en fonction de la température,

3/ Dans le domaine Fe_3Al on retrouve bien les températures limites d'existence des zones à deux phases,

4/ Dans le domaine Fe-Al aucune anomalie n'est mise en évidence jusqu'à des températures supérieures à 750° pour un Fe-Al 40 conformément au diagramme,

5/ Les isothermes tracées à 20, 300, 500 et 600° en fonction de la teneur en Al ont mis en évidence une décroissance de E à partir de 21 at. % que nous avons interprété par la proportion décroissante d'ordre à courte distance et l'augmentation de Fe_3Al .

6/ Les valeurs plus élevées à partir de 25 at. % seraient dues à l'établissement progressif de liaisons Al-Fe fortement covalentes.

II - ANALYSE DES COURBES EFFORT-DEFORMATION

Dans un premier chapitre nous verrons les mécanismes de déformation en phases élastique et plastique ; dans un second chapitre nous analyserons les instabilités observées sur les courbes de traction.

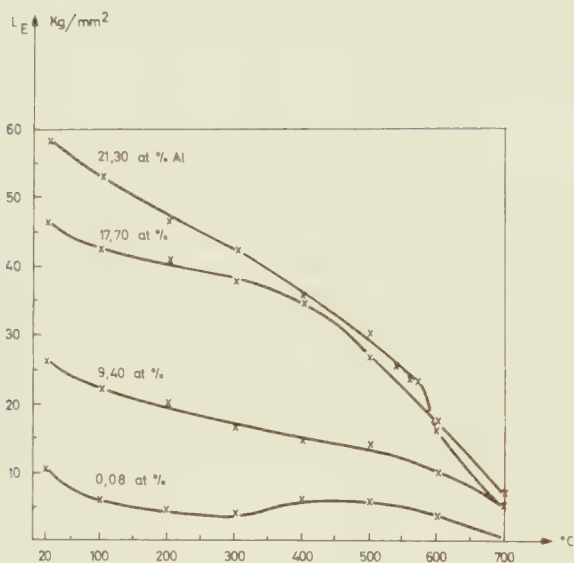


Figure 26 - Limite élastique en fonction de la température : zone α .

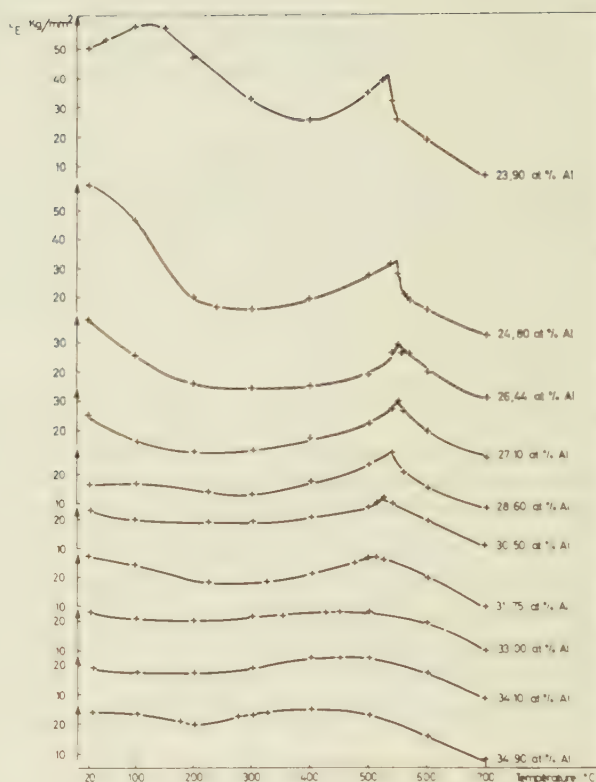


Figure 27 - Limite élastique en fonction de la température : zone Fe_3Al .

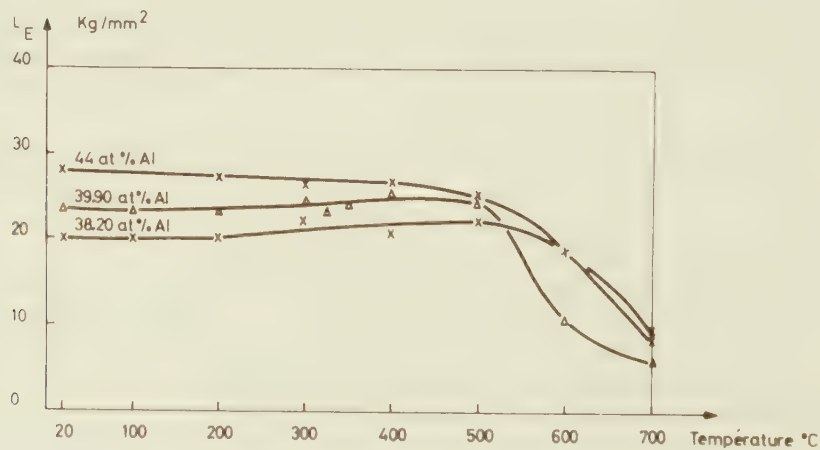


Figure 28 - Limite élastique en fonction de la température : zone FeAl .

1 - Mécanismes de déformation en phases élastique et plastique

Les principales informations données par l'analyse des résultats et des courbes de traction en fonction de la température et de la teneur en aluminium permettent de classer les alliages en trois catégories correspondant aux domaines principaux du diagramme fer-aluminium dans l'intervalle 0-50 at. % d'aluminium : zone de solution solide α , zone Fe_3Al et zone FeAl .

Nous nous contenterons d'abord d'exposer les résultats d'essais mécaniques qui nous ont conduits à ce classement ; les commentaires seront réservés à la partie discussion.

a) Variation de la limite élastique avec la température

Le tableau II donne la composition des alliages.

La limite élastique a été relevée comme caractéristique mécanique essentielle. La charge de rupture et l'allongement de rupture ne sont pas directement reliés à la structure des alliages puisque leurs valeurs peuvent être influencées par certains facteurs comme la fragilité, par des déformations permanentes susceptibles de désordonner partiellement l'alliage, ou encore par la géométrie de la striction.

L'allure des courbes des figures 26, 27 et 28 qui montrent l'évolution de la limite élastique avec la température (L_E , θ) en fonction de différentes teneurs en aluminium permet de faire la distinction entre les trois zones. Les limites entre les trois zones qui correspondent à ces résultats et aussi à différents diagrammes d'équilibre établis par plusieurs auteurs, ne sont pas très nettes : c'est pourquoi nous les avons représentés par des bandes hachurées sur les figures 29 et 30 qui correspondent à une autre présentation et dont nous parlerons après avoir étudié les figures 24, 25 et 26 :

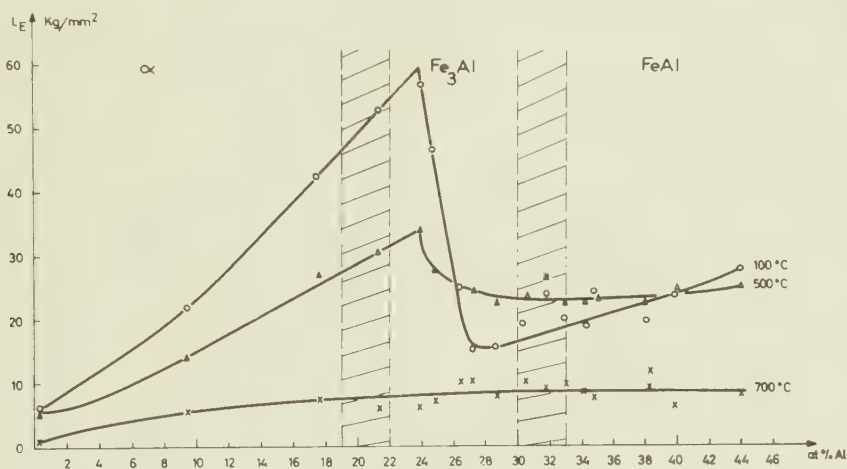


Figure 29 - Limite élastique en fonction de la teneur en aluminium pour différentes températures.

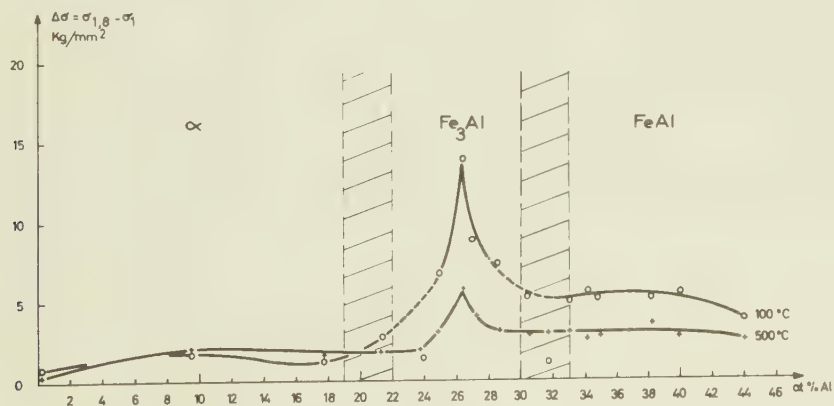


Figure 30 - Durcissement en fonction de la teneur en aluminium pour différentes températures.

- de 0 à 20 at. % environ d'aluminium, la limite élastique décroît avec la température. C'est la zone de solution solide α , du système fer-aluminium,

- entre 24 et 35 at. % la limite élastique décroît, passe par un minimum, puis atteint un maximum vers 500 à 540° C suivant la teneur en aluminium. C'est la zone d'ordre type Fe_3Al où le maximum de la limite élastique peut être en partie attribué à la transformation $\text{Fe}_3\text{Al} \rightarrow \text{Fe-Al}$,

- enfin, au delà de 35 at. % la limite élastique est sensiblement constante avec la température. C'est le domaine d'ordre Fe-Al .

A partir de ces résultats, nous avons adopté une nouvelle représentation (figure 29). Sur ces courbes la limite élastique est figurée en fonction de la teneur en aluminium (L_E , % Al) à différentes températures.

Aux faibles teneurs en aluminium (zone de solution solide α) la limite élastique augmente constamment avec la teneur en aluminium. Cette augmentation est moins sensible à plus haute température.

Aux fortes teneurs en aluminium (zone Fe-Al), la température, jusqu'à 500° C, et la teneur en aluminium ont peu d'influence sur les valeurs de la limite élastique.

La zone Fe_3Al apparaît comme une zone de transition où la limite élastique est généralement maximum, la composition en aluminium correspondant à ce maximum est très influencée par la température.

Enfin, nous pourrions noter que pour les températures supérieures à 600° il n'y a plus de distinction notable entre les zones.

b) Durcissement en cours de déformation

Nous avons défini ce durcissement par la variation de la contrainte $\Delta\sigma$ entre deux valeurs fixes de l'allongement : 1 % et 1,8 %. La limite inférieure est imposée par certains aspects des courbes de traction qui comportent un palier en fin de limite élastique, la limitation supérieure provient de la fragilité de certains alliages à la température ambiante. Les courbes ($\Delta\sigma^{1,8}$, % Al) sont représentées sur la figure 30 pour différentes températures.

Le durcissement est faible dans la zone α , passe par un maximum dans la zone Fe Al pour une composition voisine de la stoechiométrie, décroît pour rester sensiblement constant dans la zone Fe-Al . Le durcissement dans la zone Fe-Al est d'un ordre de grandeur 5 fois plus grand que dans la zone α . La température réduit l'écart entre $\Delta\sigma_{\text{Fe-Al}}$ et $\Delta\sigma_\alpha$ en même temps que le maximum pour Fe_3Al devient de moins en moins accentué.

c) Aspect des courbes de traction

L'enregistrement des courbes de traction, effort-déformation, montre des aspects particuliers surtout en début d'écoulement plastique, aspects que nous avons schématisés sur la figure 31.

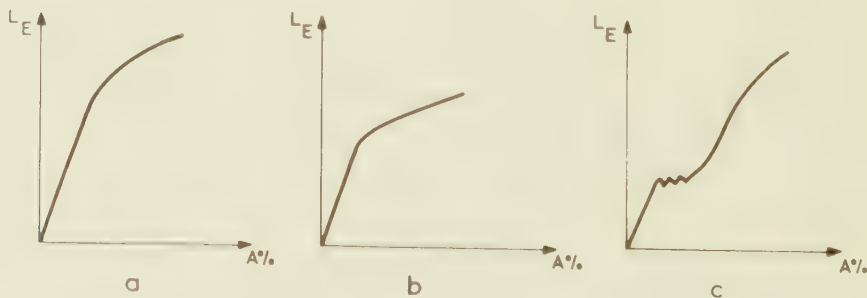


Figure 31 - Forme des courbes de traction : zone Fe_3Al .

Les aspects (a), (b) et (c) sont relatifs à des tractions à température $\theta \leq 400^\circ$.

La forme de courbe (a) montre un écoulement sans discontinuité à partir de la limite de déformation élastique. (a) est caractéristique des alliages jusqu'à 23,9 at. % d'aluminium quelle que soit la température $\theta \leq 400^\circ$. (a) correspond également aux alliages à 24,8 et 26,4 at. % mais à 20° et à 100° seulement. En se reportant aux courbes de la figure 27 (L_e , θ) on voit que (a) correspond aux valeurs les plus élevées de la limite élastique.

A 200° pour les alliages à 24,8 et 26,4 at. % et à partir de l'ambiante et jusqu'à 200° pour tous les autres alliages à teneur en aluminium plus élevée, les courbes de traction ont l'aspect (b). Il y a une légère discontinuité en fin de limite élastique avec ou sans palier. (b) correspond à des valeurs moyennes de la limite élastique.

Enfin à 300° et 400° pour les alliages autour de Fe_3Al stoechiométrique les courbes ont l'aspect (c). Il y a une discontinuité très marquée avec des crochets en fin de limite élastique. La valeur de la limite élastique est alors minimum. Au delà de Fe_3Al stoechiométrique à partir de 200° l'aspect des courbes est intermédiaire entre (b) et (c).

Au-delà de 400° , la forme (b) ou (c) disparaît, les courbes de traction sont davantage du type (a) avec cependant des particularités comme la présence de crochets due au phénomène Portevin-Le Chatelier qui sera envisagé au paragraphe suivant.

d) Discussion

Nous allons discuter plus en détail les informations données par les essais mécaniques. Remarquons cependant dès à présent que la variation des propriétés mécaniques est généralement progressive et que l'étude de ces variations ne permet pas de faire un choix entre les différents diagrammes d'équilibre fer-aluminium proposés à ce jour (et dont nous avons déjà parlé) :

1/ Domaine de solution solide α

La limite de cette zone serait aux environs de 20 at. %. Les caractéristiques essentielles sont :

- augmentation régulière de la limite élastique avec la teneur en Al,
- diminution régulière de la limite élastique quand la température s'élève,
- pas de discontinuité de la limite élastique sauf pour les plus faibles teneurs en Al où l'on constate un ancrage dû au carbone comme dans le cas du fer,
- très faible durcissement par déformation sauf à partir de 19 at. % d'Al où le durcissement tend à augmenter,
- glissements ondulés non cristallographiques sensiblement analogues à ceux du fer.

L'augmentation régulière de la limite élastique avec la teneur en aluminium montre que cet élément durcit la solution solide. A cet effet peuvent s'ajouter les possibilités de formation d'ordre à courte distance à partir de 12 at. % d'aluminium (LAWLEY et CAHN, 1961) avec pour conséquence un durcissement de la solution solide grâce au mécanisme de FISHER (1953, 1954). Dans les deux cas la température peut provoquer une diminution de la limite élastique soit par l'agitation thermique qui permet aux dislocations de contourner les obstacles, soit en abaissant le degré d'ordre à courte distance.

Si l'effet Fisher prédomine surtout aux fortes teneurs en aluminium, il devrait se traduire par une discontinuité à la limite élastique, les premières dislocations ayant diminué la proportion de liaisons Fe-Al, le déplacement des autres dislocations étant ensuite plus aisé. Or nous n'avons pas observé de discontinuités, mais le rayon de courbure des diagrammes effort-déformation est petit au raccord fin de limite élastique - début de phase plastique. Le durcissement par déformation devient très faible ; ceci pourrait être en rapport avec l'aptitude aux glissements déviés, propriété caractéristique du fer, que nous avons observée dans tout ce domaine de concentration en Al, figure 32.

Ainsi pour cette première zone, les résultats expérimentaux approchent d'assez près les théories existant sur cette partie du diagramme.

2/ Zone d'ordre Fe_3Al

Pour étudier les propriétés de ces alliages il est commode de les classer en trois catégories :

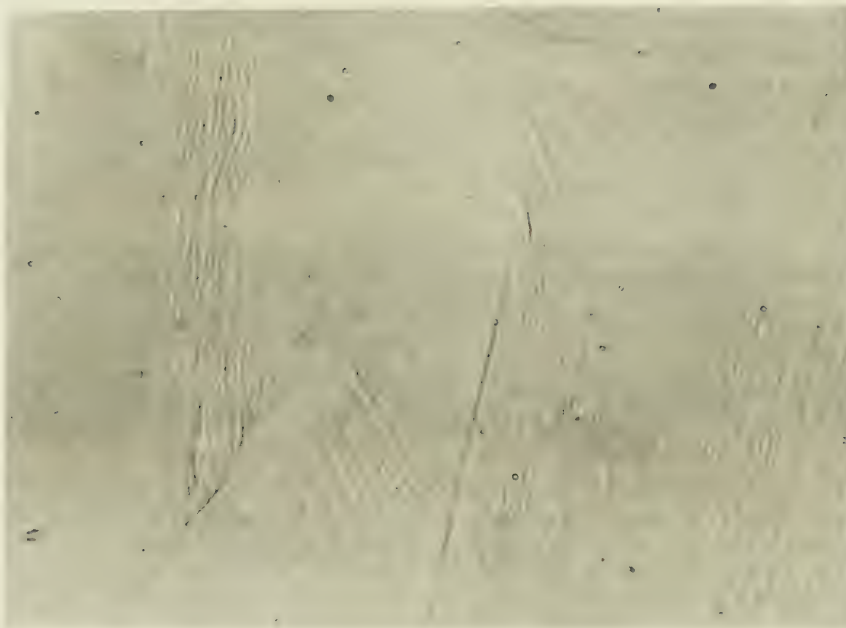


Figure 32 - Alliage 9,4 at % Al : lignes de glissement ondulées
 (haut) allongement 2 %
 (bas) - 8 %



1ère observation : allongement 2 %. X 300



Figure 33 - Alliage 21,3 at % : lignes de glissement droites et ondulées
 (haut) allongement 2 %
 (bas) - 6 %

Faible teneur en aluminium (environ 21 à 24 % Al)

L'alliage à 21,3 % d'aluminium, que la majorité des auteurs placent dans la zone Fe_3Al , pourrait, d'après nos résultats, établir la transition entre la zone α et la zone Fe_3Al . L'aspect des courbes de traction (type a), les variations de la limite élastique avec la température, le durcissement par déformation sont caractéristiques des alliages de la zone α .

D'autre part, dans cet alliage, les lignes de glissement droites apparaissent à côté des glissements déviés (figure 33) et la courbe (L_g, θ), figure 26, montre une discontinuité à 500°, température qui pourrait être T_c pour cet alliage, en accord avec certains diagrammes d'équilibre.

On trouve donc déjà à cette composition certaines des caractéristiques des alliages Fe_3Al stoechiométrique (voir ci-dessous).

Cette transition se poursuit avec l'alliage à 23,9 at. % dont les caractéristiques Fe_3Al sont très marquées, exception faite de l'allure des courbes de traction (type a) et d'un maximum de limite élastique à 100° (ce maximum existe à température inférieure à 100°, compris entre 100 et 20° pour les alliages à teneur supérieure en aluminium).

Alliages à teneur en aluminium très voisine de la stoechiométrie Fe_3Al

Les caractéristiques de ces alliages sont les suivantes :

- ce sont ceux qui présentent une forte limite élastique à l'ambiante, et le plus fort durcissement $\Delta\sigma^{1,8}$ aussi bien à 100° qu'à 500°. Mais la limite élastique décroît considérablement de 20 à 200° C,
- à partir de 200° apparaît une discontinuité à la limite élastique,
- à température ambiante les lignes de glissements sont droites (figure 34),



Figure 34 - 24,80 at. %, - allongement 4 %, Lignes de glissement droites. X 300

- la limite élastique croît à partir de 400° et passe par un maximum très accusé au voisinage de la température critique T_c de transformation $\text{Fe}_3\text{Al} \longrightarrow \alpha + \text{Fe-Al}$.

L'interprétation de ces résultats est délicate car la structure des dislocations dans ces alliages n'est pas bien définie.

Nous avons déjà parlé dans notre résumé de la bibliographie de l'état des connaissances sur les dislocations de MARCINKOWSKY et BROWN (1961), MARCINKOWSKY et FISHER (1963) et DAVIES et STOLOFF (1963).

MORGAND (1965) trouve comme LÜTJERING et WARLIMONT (1965) qu'en dessous de 25 at. % il y a un mélange des deux phases α et Fe_3Al . Pour 25 at. % subsiste Fe_3Al seul (figure 35) ; de plus, pour cette composition ou au voisinage on n'observe pas de dislocations de surstructure mais des domaines anti-phases. Au delà de 25 at. % il y a un mélange $\text{Fe}_3\text{Al} + \text{Fe-Al}$.



Figure 35 - Domaines anti-phase dans la structure Fe_3Al , X 50 000

Pour la forte baisse de limite élastique jusqu'à 200° , on ne peut invoquer une variation de l'état d'ordre puisque celui-ci, à longue et à courte distance, reste constant ($S = 0,8$) jusqu'à $300-400^\circ$. On peut seulement rapprocher de ce fait nos observations en microscopie optique et électronique qui ont révélé des glissements déviés dans une éprouvette légèrement déformée à 300° (figure 36). On pourrait donc penser qu'à basse température l'influence d'un terme représentant l'énergie de friction des dislocations dans le réseau parfait serait prépondérant ; ce terme serait indépendant du degré d'ordre mais varierait très rapidement avec la température de sorte qu'à partir de 200° un terme d'ancrage deviendrait plus important, terme d'ancrage qui pourrait être simplement dû à des interstitiels. Notons enfin que nos observations en microscopie optique et électronique n'ont pu justifier une explication de ces phénomènes basée sur des mécanismes de maclage ou de transformation induite par écrouissage (MARCINKOWSKY et BROWN, 1963).

A toutes les températures de 20 à 500° , le durcissement est maximum au voisinage de Fe_3Al pour les alliages à $24,8$ et $26,4$ at. % d'aluminium, figure 30.

Dans ce domaine de composition, le degré d'ordre de type Fe_3Al est le plus élevé ; par suite l'énergie des parois antiphases (figure 35) est maximale, ce qui expliquerait le durcissement quel que soit le type de dislocation :

a) si elles sont dissociées elles laissent derrière elles un ruban de frontière anti-phase,

b) si elles sont associées, cas des dislocations de surstructure, elles augmentent la longueur des parois anti-phases thermiques lorsqu'elles les traversent ; enfin leurs interactions mutuelles pourraient, comme l'ont suggéré VIDOZ et BROWN (1962), provoquer des crans et former ainsi de nouvelles surfaces antiphases.

Au-delà de 400° les discontinuités en début d'écoulement plastique disparaissent, la limite élastique augmente et atteint un maximum au voisinage de 540° pour les alliages à $24,8 - 26,4 - 27,1$ et $28,6$ at. %. Ce maximum est très accentué.

Notons que si ce maximum correspond réellement à T_c (voir les résultats antérieurs de module d'élasticité), nos résultats seraient en faveur d'un palier horizontal à 540° C pour le domaine Fe_3Al comme LIHL et EBEL (1961), KLODZYNSKI (1964), RIMLINGER, PIANELLI et FAIVRE (1965), GREGOIRE (1964), l'ont envisagé. Il n'est pas impossible qu'un palier horizontal soit obtenu pour des alliages très purs et une limite courbe avec des alliages de pureté moyenne ; en effet, RIMLINGER, PIANELLI et FAIVRE (1965), GREGOIRE (1964), l'ont envisagé.



Figure 36 - Lignes de glissement déviées à 300° pour la composition Fe_3Al . X 40

Nous ne pouvons discuter ici les nombreux modèles proposés pour expliquer le maximum de limite élastique à la température critique ou à son voisinage. Ni nos essais en température, ni la variation souvent très rapide du degré d'ordre à longue distance au voisinage de T_c ne permettent de faire un choix définitif entre les modèles d'ARDLEY et COTTRELL (1953), FISHER (1953) (1954), RUDMAN (1962), FLINN (1960), BROWN (1953), SUMINO (1958), et celui plus récent de DAVIES et STOLOFF (1963-1964).

Remarquons que nous avons obtenu aussi une augmentation de L_g quand la température augmente pour des alliages Fe-Al 40 avec une addition ternaire de zirconium, lanthane ... (GREGOIRE, 1965) et dans des intervalles de température de 300 à 500° environ où le degré d'ordre à longue distance de ces alliages à 40 at. % d'aluminium reste constant (SILVENT, 1965).

Aussi pensons-nous pouvoir éliminer les théories avancées pour Fe_3Al et faisant intervenir la variation de l'ordre à longue distance au voisinage de T_c puisque les alliages FeAl 40 avec zirconium, lanthane pour lesquels l'ordre à longue distance est constant, présentent aussi cette augmentation.

Les alliages binaires Fe-Al 40 sans aucune addition ne présentent pas cette remontée de la limite élastique ; comme la présence de zirconium, lanthane dans les alliages industriels FeAl 40 se traduit par la formation de carbures qui vont aux joints de grains, on pourrait penser que ces carbures localisés aux joints de grains empêchent ou tout au moins gênent la propagation de la déformation ce qui entraînerait une augmentation de la limite élastique ; cependant cette influence devant se faire sentir pour des températures inférieures à 300, 400 ou 500°.

Pour revenir à l'alliage Fe_3Al ordonné que nous avons envisagé précédemment, il se peut que l'ordre à courte distance dont la variation ne dépend pas entièrement de l'ordre à longue distance intervienne plus efficacement pour freiner les dislocations.

C'est ainsi que certains facteurs tels que les variations de l'amplitude du maximum observé et sa longueur nous font donner la préférence au mécanisme de SUMINO (bien qu'il n'y ait pas d'effet d'ancrage observable sur les courbes de traction).

La théorie de Sumino repose sur le concept de l'ordre directionnel à courte distance induit dans le champ de contraintes autour d'une dislocation : cet ordre directionnel gênant les dislocations dans leur mouvement ; l'ordre à grande distance vient interférer sur ce mécanisme d'établissement d'une nouvelle configuration et par là peut empêcher ou réduire cet effet d'ancrage de dislocations.

Nous concevons alors que les mécanismes de déformation soient sensibles à l'influence relative de l'ordre à longue distance et de l'ordre à courte distance. Au voisinage de la température critique le degré d'ordre à longue distance est faible, l'influence de l'ordre directionnel à courte distance sera prépondérant et les calculs de Sumino appliqués aux alliages ordonnés conduisent à un maximum à la température critique pour l'énergie nécessaire au déplacement des dislocations. Ajoutons en outre que ce phénomène peut être activé thermiquement et se traduire par une discontinuité de la limite élastique.

Essayons d'appliquer ces résultats aux alliages fer-aluminium proches de la composition stœchiométrique Fe_3Al .

Les expériences de LAWLEY et CAHN (1961) et SILVENT (1965) montrent que la variation du degré d'ordre à longue distance avec la température est différente suivant les alliages autour de Fe_3Al . Pour un alliage à 24,80 at. % le degré d'ordre est constant, $S \approx 0,80$, jusqu'à 300° et diminue ensuite pour s'annuler à la température critique ; pour un alliage à 25,50 at. % le degré d'ordre, $S \approx 0,75$ reste constant jusqu'à 500° puis décroît très rapidement et est nul à T_c .

Si l'ordre à grande distance interfère avec le mécanisme Sumino nous pouvons penser alors que le maximum soit plus affirmé et localisé dans un intervalle de température plus étroit dans le cas de l'alliage à 25,50 at. % que dans le cas d'un alliage à 24,80 at. %.

Ces résultats sont sensiblement conformes à nos expériences si nous étendons les résultats de LAWLEY et CAHN pour l'alliage à 25,50 at. % à l'alliage que nous avons étudié à 26,44 at. %.

Cette extension nous apparaît raisonnable d'après les résultats de BRADLEY et de JAY (figure 2) (1932) puis de LAWLEY et CAHN (1961) sur la répartition atomique en fonction de la teneur en aluminium : leur figure montre les facteurs d'occupation α , β et γ du réseau par des atomes d'aluminium. Pour 25 at. % tous les sites α correspondant à l'aluminium pour l'ordre Fe_3Al ne sont pas complètement occupés par de l'aluminium ; cette occupation apparaît plus complète au-dessus de cette teneur et vraisemblablement pour 26 ou 27 at. %. Lorsque la teneur augmente encore, les sites β sont également occupés par des atomes d'aluminium et l'ordre Fe_3Al tendra à se rapprocher d'un ordre Fe-Al ce qui se traduirait probablement par un maximum moins affirmé de la limite élastique comme nous le trouvons pour nos alliages à partir de 28,60 at. %.

Nous trouvons donc une discontinuité brutale au maximum comme le prévoit la théorie de Sumino ; cependant nous ne pouvons pas dire si elle se produit dans nos observations à la température critique ou seulement au voisinage de cette température.

Quand nous mesurons la limite élastique le métal a subi au moins des micro-déformations qui se traduisent par un certain écrouissage qui augmente certainement la valeur de limite élastique que nous mesurons. Or il se trouve que la limite élastique est élevée dans les intervalles de composition où $\Delta\sigma^{1,8}$ est aussi élevé ; autrement dit, l'écrouissage dû à la micro-déformation pourrait conduire à des valeurs de limite élastique supérieures à la valeur vraie que l'on obtiendrait s'il n'y avait aucune micro-déformation et aucun écrouissage ; les résultats des autres auteurs sont du reste entachés de la même erreur et seul un extensomètre très sensible permettrait d'améliorer la précision de la valeur mesurée.

Alliages au-delà de la stœchiométrie Fe_3Al (Zone Fe_3Al)

Ces alliages correspondent approximativement aux teneurs comprises entre 28,6 et 34 at. % sur lesquels nous poursuivons actuellement nos études par microscopie électronique.

Les caractéristiques essentielles de cette zone sont les suivantes :

- la limite élastique à température ambiante et à 100°C est moins élevée que celle des alliages précédents et par suite il n'y a plus de minimum accentué de limite élastique entre 20 et 200°C ,
- de même, le maximum de limite élastique à plus haute température est de moins en moins affirmé lorsque la teneur en aluminium augmente,
- le durcissement par déformation est de plus en plus faible.
- les courbes de traction sont d'un type intermédiaire entre (b) et (c) à haute température.

Ces différents caractères pourraient s'expliquer par l'écart de plus en plus fort par rapport à la stœchiométrie Fe_3Al et la tendance vers un mélange des deux phases Fe_3Al et Fe-Al ; l'énergie de frontière anti-phase serait plus faible.

3/ Zone Fe-Al

Nous retrouvons sensiblement dans ce domaine les principaux caractères des alliages de la fin de la zone 2 C.

- limite élastique sensiblement constante jusque vers 500°,
- taux de durcissement faible,
- absence de maximum de la limite élastique au-delà de 500° C.

Pour ces alliages nous pouvons assurer que le type d'ordre est Fe-Al. De plus, le degré d'ordre paraît ne pas évoluer jusqu'à 600°, (TAYLOR et JONES, 1958) (SILVENT, 1965). De plus, nous avons pu noter pour ces alliages la présence de dislocations de surstructure (figure 37) et l'absence de domaines anti-phases.



Figure 37 - Dislocations de surstructures, X 75 000

Comme la limite élastique de ces alliages reste à peu près constante jusqu'à 500°, on peut penser que les théories sur la déformation des alliages ordonnés qui ne font pas intervenir la diffusion, mais seulement le degré d'ordre conviennent tout à fait dans ce cas.

La baisse de la limite élastique et du durcissement $\Delta\sigma^{1,8}$ au-delà de 500° C pourrait correspondre à l'apparition d'un mécanisme de diffusion au cours de la déformation, puisque c'est au voisinage de 500° qu'apparaît dans ces alliages le pic de Zener ou de Le Claire-Lomer (WERT, 1955), SHYNE et SINNOTT, 1960), (FISCHBACH, 1957-1962), HREN, 1963), (HILLAIRET, DELAPLACE et SILVENT, 1965). Ainsi, à basse température le durcissement pourrait être causé par des dislocations imparfaites ou par le mécanisme proposé par VIDOZ et BROWN (1962), tandis qu'à 500° il pourrait y avoir réarrangement des atomes sur les surfaces des défauts d'empilement grâce à la diffusion.

2 - Instabilités observées sur les courbes et phénomène Portevin-Le Chatelier

Les courbes effort-déformation des alliages fer-aluminium de 0 à 40 at. % d'aluminium présentent en phase plastique dans certaines conditions de température et de vitesse, une succession de crochets répétés correspondant à la manifestation du phénomène Portevin-Le Chatelier.

Les conditions d'apparition et de disparition de ces crochets et leur amplitude dépendent de la vitesse de traction, de la température d'essai et pour une vitesse déterminée le phénomène n'existe que dans un intervalle réduit de température.

Rappelons quelques résultats :

Le phénomène Portevin-Le Chatelier est une instabilité mécanique, activée thermiquement ; BOULANGER (1950), SLEESWYK (1958) et SIMON et CAISSO (1964) : considèrent ce phénomène comme la manifestation mécanique de tout phénomène physique entraînant une anomalie dans les lois habituelles de variation des contraintes mécaniques en fonction de la vitesse et de la température ; par exemple, la condition suffisante d'apparition des hachures sur les courbes de traction est que la résistance de l'éprouvette soit une fonction décroissante de la vitesse d'allongement plastique dans un certain domaine, quelles que soient les causes physiques.

Les crochets seraient dus à un mécanisme de blocage-déblocage des dislocations ou d'une manière générale à un nombre insuffisant de dislocations libres ; c'est parce que les dislocations mobiles sont trop peu nombreuses que la contrainte monte à un niveau élevé qui, s'il devient suffisant, peut se traduire soit par le déblocage des dislocations (COTTRELL, 1947 et 1953), soit par une multiplication rapide des dislocations mobiles (HAHN, 1962), (BALLEY, 1965) ; de toute façon c'est au moment de la multiplication des dislocations que se produit la chute de charge.

Il y a deux causes principales de blocage.

Dans un premier cas les hachures débutent immédiatement après la limite élastique dès que l'on atteint une température suffisante ; il est alors généralement admis que l'explication du phénomène se trouverait dans un mécanisme de déblocage des dislocations ancrées par des nuages de COTTRELL (1947), les atomes responsables de l'ancrage étant plus particulièrement du carbone ou de l'azote en insertion.

Dans un second cas, une déformation plastique, de taux variable (COTTRELL, 1953) est nécessaire avant le premier crochet ; de plus, cette déformation minimum nécessaire décroît quand la température augmente ; l'origine du phénomène pourrait alors être attribuée à un mécanisme de diffusion par lacunes : cela ne signifie pas que les lacunes bloquent directement les dislocations mais plutôt indirectement en permettant aux dislocations de monter en position d'équilibre stable où elles sont bloquées. C'est au moment du déblocage que se produit la chute des contraintes et il faut ensuite attendre de nouveau que le mécanisme blocage-déblocage se produise pour observer le crochet suivant.

Nous verrons que pour les alliages fer-aluminium les deux types de blocage existent : soit blocage par des interstitiels dans le domaine α , soit blocage indirect par un mécanisme de diffusion par lacunes pour le Fe-Al 40.

L'évolution de ce phénomène dépend de la composition et trois grands domaines doivent être considérés :



- Différences dans la manifestation du phénomène entre les trois domaines α , Fe_3Al et Fe-Al

La composition des alliages est indiquée sur le tableau XXII.

Tableau XXII

Composition des alliages ayant servis à l'étude du phénomène Portevin-Le Châtelier

Fe	Al		C	N	Si	P	S
	% poids	% atomes					
95,25	4,75	9,40	120	230	50	50	30
86,25	13,75	24,80	180	500			
75,70	24,30	39,90	40	350	80	40	30

En solution α désordonnée les hachures débutent dès la fin de la limite élastique ; dans la zone ordonnée Fe_3Al les crochets sont rares ; enfin dans le domaine Fe-Al ordonné la cinétique du phénomène reposerait sur un mécanisme de diffusion lacunaire, une déformation plastique étant nécessaire pour que le phénomène se manifeste.

Domaine α désordonné

Le phénomène se présente de manière analogue pour tous les alliages compris dans un intervalle de 0 à 20 at. % d'Al mais son intensité diminue quand la teneur en aluminium augmente au delà de 10 at. % d'aluminium ; il est bien mis en évidence pour une composition de 9,35 at. % et une vitesse de $1,4 \cdot 10^{-3}/\text{s}$. Les résultats sont alors les suivants (figure 38) :

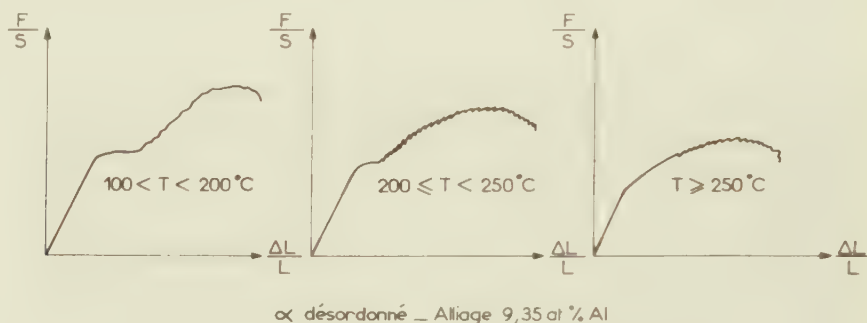


Figure 38 - Phénomène Portevin - Le Chatelier.

- les hachures existent entre 100 et 440° C.
 - pour les températures les plus basses, comprises entre 100 et 200° C il y a un palier horizontal en fin de limite élastique et les hachures irrégulières et peu nombreuses, commencent aussitôt le palier terminé,
 - à partir de 200° la longueur du palier diminue, les hachures apparaissent encore dès le début de la phase plastique mais elles sont beaucoup plus nombreuses et régulières,
 - à partir de 250° le palier disparaît et les hachures ne se manifestent qu'après un un certain taux de déformation,
 - enfin, lorsque la température s'élève encore le phénomène apparaît de plus en plus tard et à 440° il ne se manifeste qu'après le début de la striction.
- Il disparaît au-dessus de 440°.

Cette évolution rappelle celle des aciers doux étudiés par MANJOINE (1944), CAISSO (1958), TAMHANKAR et al (1958) où le phénomène est attribué à la présence d'atomes de carbone et d'azote.

A plus haute température il y a un retard au déclenchement des hachures, retard qui nécessite d'autres explications, en particulier celle proposée par TAMHANKAR (1958) et basée sur l'influence de l'oxygène en substitution. Mais, même dans ce cas, le sens de variation de l'apparition des hachures (ϵ_p) en fonction de la température n'est pas conforme à la théorie générale ; les anomalies des Al-Mg se retrouvent et il est nécessaire d'introduire des interprétations basées sur le microfluage (CAISSO, 1958), le modèle de SPERRY (1965) ou le modèle de multiplication des dislocations annoncé par BAILEY (1965).

Pour le fer-aluminium, à faible teneur en aluminium, les observations permettent de classer le phénomène dans la catégorie des aciers doux. En outre plusieurs expériences, avec des alliages à teneur en carbone croissante, ont montré que l'amplitude des crochets augmentait avec la teneur en carbone. Nous pensons donc que pour ces alliages le carbone joue un rôle important dans la manifestation du phénomène.

Domaine Fe_3Al

Nous donnons les résultats obtenus sur un alliage à 24,80 at. % d'Al, tractionné à la vitesse de $1,4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ à différentes températures (figure 39).

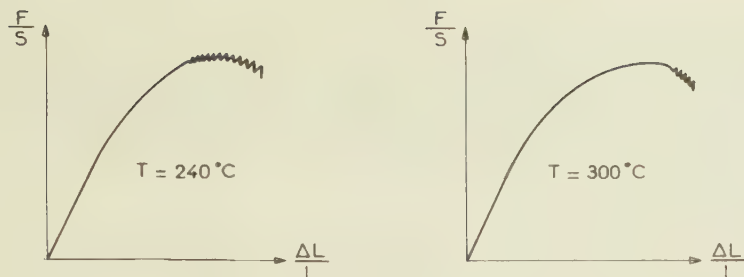


Figure 39 - Domaine Fe_3Al - Phénomène Portevin-Le Chatelier.

Les compositions voisines de 25 at. % donnent le même phénomène :

- les hachures sont beaucoup moins apparentes que dans la zone α ; elles sont peu nombreuses et existent seulement au voisinage du maximum de la courbe de traction,
- elles n'existent que dans un intervalle étroit de température compris entre 240 et 300° C,
- elles n'apparaissent que pour des taux de déformation élevés et d'autant plus importants que la température augmente.

Par rapport à la zone α précédemment décrite, la caractéristique importante de ces résultats est l'absence de crochets au début des courbes de traction et la nécessité d'une déformation importante pour que le phénomène se manifeste. Dans l'étude des propriétés mécaniques les alliages de cette zone ordonnée type Fe_3Al se distinguent par une forte limite élastique et un taux de consolidation élevée ; cela peut signifier que les dislocations mobiles sont peu nombreuses dans le domaine élastique et en début de déformation plastique. Des observations par microscopie électronique ont montré (MARCINKOWSKY et BROWN), (MORGAND, 1965) la présence de dislocations imparfaites et l'absence de dislocations de surstructure caractéristiques en général des solutions ordonnées ; la déformation se développe alors par l'intermédiaire de dislocations imparfaites, qui laissent dans leur sillage un ruban de frontière antiphase.

STOLOFF et DAVIES (1963) ont montré que pour un alliage à 24,8 at. % et à 500° ($S = 0,6$ et apparition d'un ordre à courte distance) on avait à la fois un pic de limite élastique élevé et un taux de durcissement $\Delta\sigma$ faible ; ceci pourrait signifier que le nombre de dislocations mobiles avant la déformation étant faible la contrainte correspondant à la limite élastique est élevée ; mais lorsqu'on atteint cette limite élastique élevée les dislocations se multiplieraient très vite et se déplaceraient beaucoup plus facilement dans ces zones à degré d'ordre moyen et le durcissement serait alors faible.

Ces deux variations observées par STOLOFF et DAVIES (L_E et $\Delta\sigma$) pour 24,80 at. % et à 500° ($S = 0,6$) pourraient expliquer le phénomène Portevin-Le Chatelier bien que celui-ci se produise à des températures plus basses puisque comprises entre 240 et 300°. En effet, pour un alliage à 24,8 at. % le degré d'ordre est élevé ($S = 0,8$) et constant jusqu'au moins 300° C ; mais quand nous déformons le métal, au cours de la traction il peut y avoir une variation locale de l'ordre au passage des dislocations peu nombreuses et rapides puisque nous avons à la fois une limite élastique élevée et un taux de durcissement élevé ; quand le phénomène Portevin-Le Chatelier apparaît dans ces alliages, la déformation est déjà importante et il est vraisemblable que l'alliage est alors désordonné ou qu'il ne subsiste qu'un degré d'ordre à courte distance. Mais dans l'imprécision actuelle de nos connaissances sur l'état structural de l'alliage, nous ne pouvons interpréter avec certitude le phénomène Portevin-Le Chatelier de Fe_3Al , mais seulement invoquer un système de blocage-déblocage des dislocations du type de celui de SUMINO (1958) (réarrangement des atomes à courte distance dans le champ de contraintes d'une dislocation conduisant à son ancrage), mécanisme rendu possible par une diminution de l'ordre à longue distance, l'ordre à courte distance devenant prépondérant.

D'autres interprétations sont possibles : la diminution d'ordre local provoquerait une augmentation de la contrainte (mécanisme de STOLOFF-DAVIES) jusqu'à un maximum correspondant au maximum d'ancrage du crochet du phénomène Portevin-Le Chatelier ; à ce stade il y aurait une rapide multiplication des dislocations mobiles donc un faible durcissement et une chute dans la contrainte appliquée puisque les dislocations se déplaceraient beaucoup plus facilement dans cette zone localement désordonnée ; et ceci jusqu'à ce qu'un nouveau blocage se produise.

- Analyse détaillée pour un alliage Fe-Al 40

Des essais différents furent entrepris sur un alliage à 39,85 at. % d'aluminium. Ces essais nous ont conduit à envisager plusieurs hypothèses sur l'origine des crochets et nous ont permis de déterminer certaines grandeurs comme l'énergie d'activation du phénomène, ou le nombre de sauts effectués par une lacune avant son piégeage.

a) Caractéristiques générales

Dans cette partie nous supposons la vitesse de traction constante ($1,4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) et la température variable.

Nous avons pu faire les observations suivantes (tableau XXIII, figure 40 a) :

Tableau XXIII

Alliage à 39,90 at %
Déformation minimum ϵ_m nécessaire pour le 1er crochet
Vitesse de traction constante - Température variable

Température C	$\frac{1}{T} \cdot 10^3$ Kelvin ⁻¹	Vitesse traction s ⁻¹	ϵ_m %	$\log_{10} \epsilon_m$
190	2,15	$1,40 \cdot 10^{-3}$	7,22	1,14
200	2,11	$1,40 \cdot 10^{-3}$	4,23	1,37
210	2,07	$1,40 \cdot 10^{-3}$	2,78	1,55
220	2,02	$1,40 \cdot 10^{-3}$	1,73	1,76
245	1,93	$1,40 \cdot 10^{-3}$	0,48	2,31
270	1,84	$1,40 \cdot 10^{-3}$	0,20	2,69

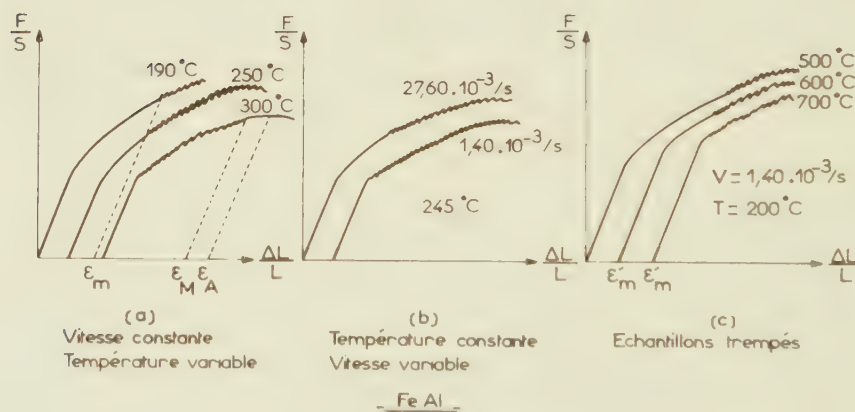


Figure 40 -

- entre 190 et 320° il existe un phénomène de hachures bien défini et qui commence pour une déformation minimum ϵ_m d'autant plus faible que la température T croît,

- aux températures élevées le phénomène disparaît vers la fin des courbes de traction et lorsque T augmente les hachures disparaissent de plus en plus tôt,

- l'amplitude des crochets $\frac{\Delta\sigma}{\sigma}$ augmente avec la déformation. En fonction de la température, pour une déformation donnée, l'amplitude croît jusqu'à 245° environ et décroît ensuite.

Mentionnons que l'allure générale du phénomène dans ce domaine Fe-Al n'est pas modifiée par des additions supplémentaires de carbone allant jusqu'à 1500 p.p.m. (COTTRELL, 1953), (FRIEDEL, 1956).

Par analogie avec des études antérieures le phénomène aurait à son origine la création et le déplacement des lacunes ; en effet, la nécessité pour la manifestation des hachures d'un certain taux de déformation, implique l'introduction de défauts dont les principaux seraient des lacunes.

S'il en est ainsi, les mêmes expériences répétées sur des échantillons trempés devraient permettre d'avoir des crochets pour des déformations plus faibles, la trempe pouvant éventuellement conserver une certaine quantité de lacunes thermiques ; d'autres hypothèses sont aussi possibles : c'est ce que nous établirons après avoir terminé le cas présent.

b) Détermination de l'énergie de déplacement des lacunes

Il est admis que la concentration en lacunes C introduite par la déformation est de la forme :

$$C_1 = A \varepsilon^n \quad (5)$$

n prend des valeurs différentes suivant les métaux.

D'après RUSSEL (1963) n peut être calculé dans le cas d'alliages présentant un phénomène de crochets d'origine lacunaire à partir de la courbe de traction.

En effet, le coefficient de diffusion D est proportionnel à la concentration en lacunes et suit la loi :

$$D \propto C_1 \exp \left(- \frac{U_{d1}}{kT} \right) \quad (6)$$

U_{d1} : énergie de déplacement des lacunes,

k : constante de Boltzmann : $0,8625 \times 10^{-5}$ eV/degré.

D'après (5) et (6)

$$D \propto \varepsilon^n \exp \left(- \frac{U_{d1}}{kT} \right) \quad (7)$$

Mais en fonction de la vitesse d'érouissage $\varepsilon^o = \frac{d\varepsilon}{dt}$, la déformation minimum ε_n nécessaire à l'apparition de crochets pour une température T est de la forme (COTTRELL, 1953) :

$$\varepsilon_n^n \propto \varepsilon^o \exp \left(+ \frac{U_{d1}}{kT} \right)$$

Donc à température T constante :

$$n \log \varepsilon_n = \log \varepsilon^o + \text{constante} \quad (8)$$

Il faut d'abord obtenir n par l'essai suivant : température constante 245° et vitesse de traction variable de $1,4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ à $27,60 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Le tableau XXIV et les figures 40 b et 41 montrent les variations de ε_n en fonction de ε^o . Les valeurs sont portées en logarithme et les points expérimentaux sont alignés en accord avec (8). n représente la pente de la droite $\log \varepsilon_n$ en fonction de $\log \varepsilon$

$$n = 1,05 \pm 0,1$$

Il est alors possible, d'après RUSSELL (1963), d'obtenir une énergie d'activation du phénomène. Le tableau XXII et la courbe de la figure 42 montrent les variations de ε_n en fonction de $1/\tau$; les points sont sensiblement alignés et nous obtenons une énergie de déplacement à partir de la pente de cette droite :

Tableau XXIV

Alliage à 39,90 at %
 Déformation minimum ϵ_m nécessaire pour le 1er crochet
 Température constante 245° - Vitesse de traction variable

Température °C	Vitesse traction $\epsilon^o \cdot s^{-1}$	$\log_{10} \epsilon^o$	ϵ_m %	$\log_{10} \epsilon_m$
245	$1,40 \cdot 10^{-3}$	2,86	0,49	- 2,31
245	$2,76 \cdot 10^{-3}$	- 2,65	1,00	- 2,00
245	$5,52 \cdot 10^{-3}$	- 2,25	2,00	- 1,69
245	$6,94 \cdot 10^{-3}$	- 2,15	2,50	- 1,60
245	$13,80 \cdot 10^{-3}$	- 1,86	4,45	- 1,35
245	$27,60 \cdot 10^{-3}$	- 1,55	8,60	- 1,06

$$U_{d1} = \frac{\log_{10} \epsilon_m}{\frac{1}{T}} \cdot \frac{nk}{\log_{10}} \quad (9)$$

et

$$\frac{\log_{10} \epsilon_m}{\frac{1}{T}} = \text{pente de la droite} \quad (10)$$

$$U_{d1} = 1 \text{ eV} \pm 0,15 \text{ eV} \quad (11)$$

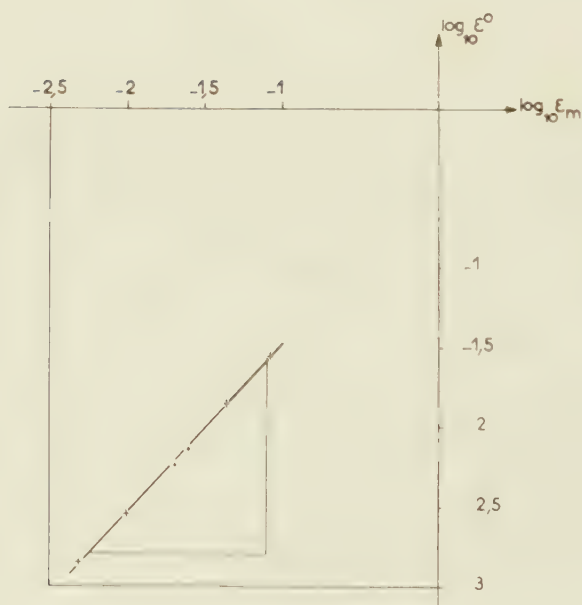


Figure 41 - Alliage 39,90 at % Al. Déformation minimum ϵ_m nécessaire pour le 1er crochet. Température constante 245°C - Vitesse de traction variable.

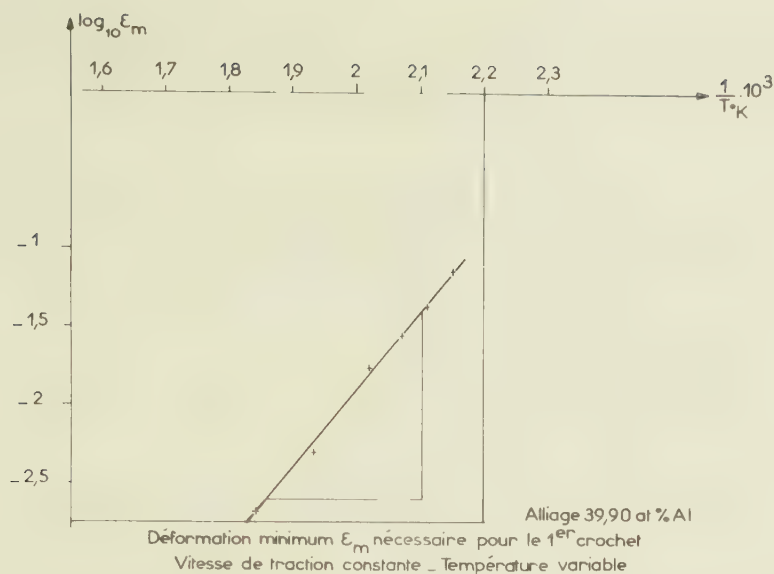


Figure 42 -

c) Rôle des lacunes de déformation et influence des traitements thermiques

Nous avons calculé la valeur de l'exposant n et l'énergie de déplacement U_d dans le cas d'échantillons lentement refroidis depuis 700° et en supposant que le phénomène trouve son origine dans un mécanisme lacunaire ; nous allons voir maintenant l'influence de certains traitements thermiques et en particulier les conséquences d'une trempe sur les conditions d'apparition du phénomène.

● Echantillons trempés depuis des températures comprises entre 400 et 800°

Cette fois les échantillons après avoir été lentement refroidis à la vitesse de $30^\circ \text{C}/\text{heure}$ sont portés une heure à des températures comprises entre 400 et 800° et trempés à l'huile ; après ce traitement ils sont portés une heure à 200° et tractionnés à cette température.

Tableau XXV

Alliage à 39,90 at %
Déformation minimum ϵ_m' nécessaire pour le 1^{er} crochet sur des échantillons trempés
Température de traction constante (200°C) - Vitesse de traction constante ($1,4 \cdot 10^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$)
Température de trempe variable

Température de trempe $^\circ \text{C}$	Inverse de la température de trempe $\frac{1}{T} \cdot 10^3 \cdot \text{K}^{-1}$	ϵ_m % Refroidissement lent	ϵ_m' % après trempe
500	1,293	4,23	3,16
550	1,215	4,23	2,75
600	1,145	4,23	1,92
650	1,083	4,23	0,79
700	1,027	4,23	0,52

Le tableau XXV et la figure 43 montrent que la déformation ϵ'_1 minimum qui est nécessaire pour obtenir le premier crochet sur les échantillons trempés est d'autant plus faible que la température de trempe est élevée et plus faible aussi que pour les essais après refroidissement lent.

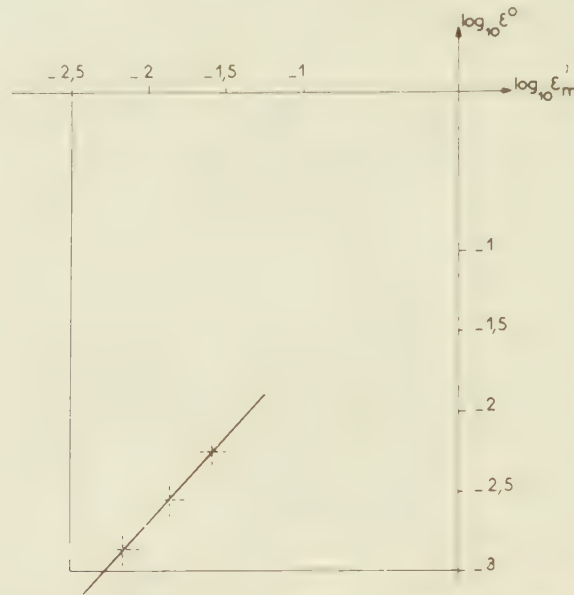


Figure 43 - Alliage 39,90 at % Al. Déformation minimum ϵ'_1 nécessaire pour le 1er crochet. Echantillons trempés depuis 700°C - Température de traction 200°C. Vitesse de traction variable.

- Echantillons trempés depuis 700° mais revenus à 200° pendant des temps variables avant la traction

Les essais de maintien à 200° sur les mêmes échantillons trempés depuis 700° et maintenus de 15 minutes jusqu'à 72 heures à 200° montrent que la valeur de ϵ'_1 n'est pas modifiée, autrement dit le premier crochet commence pour une même déformation que le temps de maintien soit faible ou prolongé.

• Anomalie des résultats

Nous avons voulu faire jouer un rôle aux lacunes thermiques de trempe en pensant qu'elles venaient s'ajouter aux lacunes d'écrouissage permettant ainsi au phénomène de débiter plus tôt ; cette hypothèse est vérifiée sur les échantillons trempés entre 400 et 800° puisque la déformation minimum nécessaire à l'apparition du premier crochet est d'autant plus faible que la température de trempe est élevée ; par contre, cette même hypothèse est en contradiction avec notre seconde série d'essais qui fait intervenir le temps de maintien à 200° après la trempe.

En effet, à 200° les lacunes thermiques de trempe, si elles ont été conservées par la trempe, ont une certaine mobilité puisque la déformation nécessaire à l'apparition du premier crochet est plus faible que sur les échantillons lentement refroidis ; mais si elles ont une certaine mobilité il est normal de penser qu'elles sont piégées après un nombre limité de sauts, ce qui revient à dire qu'au bout d'un temps limité de maintien à 200°, nous devrions retrouver le premier crochet pour une déformation minimum ϵ'_1 égale à celle observée sur les échantillons lentement refroidis. Nous avons vu qu'il n'en était pas ainsi et que même après 72 heures de maintien à 200°, ϵ'_1 était différent et inférieur à ϵ'_1 .

De plus

$$\epsilon'_1 \text{ (après 15 minutes)} = \epsilon'_1 \text{ (après 72 heures)}$$

Nous allons chercher à expliciter l'influence de la trempe sur les coefficients n et A de la loi $A\epsilon^n$.

● Loi $A \varepsilon^n$

Nous avons supposé que le premier crochet commençait pour une concentration en lacunes :

$$C = A \varepsilon^n$$

Nous allons déterminer n et A sur les échantillons trempés et voir, par exemple, s'ils ne prennent pas des valeurs supérieures à celles observées sur les échantillons lentement refroidis ; par exemple, si A prend des valeurs A' supérieures à A les crochets commenceront pour une déformation ε'_m plus faible que ε_m et telle que

$$A' \varepsilon'^n_m = A \varepsilon^n_m$$

Tableau XXVI

Alliage à 39,90 at %
Déformation minimum ε'_m nécessaire pour le 1er crochet
Echantillon trempés depuis 700° - Température de traction 200°
Vitesse de traction variable

Température °C	Vitesse de traction $\varepsilon^0 \cdot s^{-1}$	$\log_{10} \varepsilon^0$	$\varepsilon'_m \%$	$\log_{10} \varepsilon'_m$
200	$1,38 \cdot 10^{-3}$	- 2,86	0,66	- 2,17
200	$2,76 \cdot 10^{-3}$	- 2,55	1,39	- 1,85
200	$5,52 \cdot 10^{-3}$	- 2,25	2,64	- 1,58

● Calcul de l'exposant n dans les échantillons trempés

Température de trempe 700°, température de traction 200°, vitesse de traction variable : nous reprenons la méthode décrite au paragraphe b) ; le tableau XXVI et la figure 45 montrent les variations de ε'_m en fonction de ε^0 . Les valeurs portées en coordonnées logarithmiques donnent des points alignés conformément à l'équation (8) et n représente la pente de la droite ; nous retrouvons la même valeur

$$n = 1 \pm 0,10$$

Ceci semble prouver que la valeur de l'exposant n est la même sur les échantillons lentement refroidis et les échantillons trempés ; autrement dit les mécanismes de durcissement à 200° ne sont pas modifiés par ces deux traitements thermiques ; ceci est vraisemblable puisque des refroidissements même très rapides, atteignant 900°C/s ne retiennent pas les structures de haute température (LIHL et EBEL, 1961) ; or à 700° et à plus forte raison pour des températures plus basses, le degré d'ordre à longue distance est certainement peu différent de celui d'un alliage à 200°, refroidi à la vitesse de 30°C par heure ; de plus, un certain réarrangement est possible au cours de la trempe à l'huile que nous avons faite et qui donne une vitesse de refroidissement de beaucoup inférieure à 900° C/s.

● Influence de la trempe sur le coefficient A (vitesse de traction constante ($1,4 \times 10^{-3} s^{-1}$), température de traction constante 200° et température de trempe variable).

Plusieurs théories ont été proposées pour tenir compte de la densité de défauts ponctuels en fonction de la déformation (VAN BUEREN, 1960).

Un modèle proposé par HAASEN, LEIBFRIED (1955) et FRIEDEL (1956) relatif à la loi $C = A \varepsilon^n$ attribue à n la valeur 1.

Nous adopterons donc ce modèle dans le cas du Fe Al 40 ($n = 1$ sur les échantillons lentement refroidis et trempés). Il est basé sur la limitation de l'extension des boucles de dislocations par des obstacles ou barrières fixes. Mais le modèle des barrières fixes peut avoir ensuite deux interprétations ; en effet, il est possible d'avoir :

- la recombinaison de deux dislocations coins voisines et de vecteurs de Burgers opposés et donnant une rangée de défauts ponctuels,

- ou la création de crans par croisement de dislocations avec la forêt déjà existante de dislocations.

Ces deux interprétations conduisent à des coefficients A différents :

$$A_1 = \frac{1}{L^2 b^2} (\text{recombinaison}) \quad \text{et} \quad A_2 = \frac{L D_0}{b^2} (\text{crans}).$$

L : longueur parcourue par les dislocations jusqu'à ce qu'elles rencontrent un obstacle,

D_0 : densité de la forêt de dislocations,

b : vecteur de Burgers,

l : longueur de recombinaison de deux dislocations mobiles.

Dans les polycristaux, nous supposons que les joints de grains sont les obstacles essentiels au développement des boucles de dislocations, dont la valeur L restera la même dans les échantillons trempés ou non : b et l n'étant pas modifiés par trempe $\frac{1}{L^2 b^2}$ ne varie pas.

Par contre D_0 augmente par refroidissement rapide. En l'absence de mesure directe sur les Fe-Al 40 voyons ce que devient D_0 dans le cas de l'aluminium ; HIRSCH et SILCOX, et SMALLMANN et WESTMACOTT (1958) trouvent

$$\frac{D_0 (\text{après trempe})}{D_0 (\text{après refroidissement lent})} = 6 \cdot 10^{-1}$$

Donc D_0 augmenterait bien par trempe et s'il en est ainsi pour le Fe-Al 40 il nous faudrait prendre pour A une valeur A', différente et supérieure à A et qui augmenterait avec la température de trempe ce qui est conforme à nos résultats.

Nous pensons alors que la concentration en lacunes d'écrouissage est de la forme

$$C_1 = \frac{L D_0}{b^2} \epsilon \quad (12)$$

En adoptant cette théorie nous rejetons l'idée, avancée précédemment de lacunes thermiques conservées par trempe ; nos résultats expérimentaux sur l'évolution de $\epsilon_{\square}$ en fonction de la température de trempe sont expliqués sans faire intervenir les lacunes d'ordre thermique créées par la trempe puisque nous trouvons un effet susceptible d'augmenter le nombre de lacunes ou défauts en cours de déformation dans les échantillons trempés par rapport aux échantillons lentement refroidis. Le taux de création de défauts ponctuels est ainsi augmenté et le phénomène Portevin-Le Chatelier débutera d'autant plus rapidement que la température de trempe est élevée ce qui semble conforme à nos résultats.

Un maintien à 200° pendant 10 minutes ou 72 heures ne modifie pas D_0 et les anomalies signalées précédemment sur les expériences de revenu après trempe sont éliminées par les interprétations que nous venons de donner.

La relation (12) est valable pour les différentes vitesses de refroidissement mais D_0 prend des valeurs D_0' supérieures après trempe.

Nous pouvons obtenir un ordre de grandeur de la valeur numérique du rapport D_0'/D_0 à partir des courbes effort-déformation enregistrées ; en effet :

$$\frac{C_1 (\text{après trempe depuis } 700^\circ + \text{ traction à } 200^\circ)}{C_1 (\text{après refroidissement} + \text{ traction à } 200^\circ)} = \frac{A' \epsilon_{\square}'}{A \epsilon_{\square}} = \frac{D_0' (\text{trempe } 700^\circ)}{D_0 (\text{refroid. } 30^\circ/\text{h})} \cdot \frac{\epsilon_{\square}'}{\epsilon_{\square}}$$

Le même rapport pour des trempes à partir de 650, 600, 550 et 500 prend respectivement les valeurs : 4,5 - 2, 1,8 - 1,5.

Nous allons essayer de mieux comprendre les mécanismes de diffusion et pour cela nous envisageons l'expérience suivante :

● Vieillessement sous déformation constante et durée de vie d'une lacune

Nous allons voir l'évolution des lacunes d'écrouissage en fonction du temps.

Nous pensons que si nous arrêtons un essai après une déformation inférieure à la déformation minimum pour que le premier crochet se produise et laissons alors vieillir l'échantillon sous tension, nous obtiendrons dès la reprise de l'essai un crochet dont l'amplitude augmentera en fonction du temps de vieillissement.

En effet, le nombre de lacunes avant l'arrêt est insuffisant pour permettre en un temps très court un vieillissement de l'échantillon et c'est pourquoi il n'y a pas de crochet ; par contre, un temps de vieillissement plus long, pendant l'arrêt, doit permettre pour une même concentration en lacunes, un ancrage et par conséquent la formation de crochets dès la reprise de la traction.

Les essais sont effectués à température constante (200°), vitesse de traction constante ($1,40 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$), déformation identique au moment de l'arrêt : $\epsilon \simeq 2,6 \%$; seuls les temps de vieillissement $t_1, t_2, \dots, t_n$ vont en croissant jusqu'à ce que l'amplitude du crochet au moment de la reprise de la traction soit maximum ou constante.

Posons :

t_1 : amplitude du crochet au temps t_1 ($i = 1, 2, \dots, n$)

t_n : amplitude maximum du crochet

$$f = \frac{\Delta \sigma_{t_1}}{\Delta \sigma_{t_e}}$$

RUSSELL et VELA (1963) ont établi une relation de la forme :

$$f^{3/2} = A_2 t_1 + B_2 \exp(-\varphi t) \quad (13)$$

A_2 et B_2 sont des constantes

$$\varphi = \frac{V}{n'} \exp\left(-\frac{U_{dl}}{kT}\right) \quad (14)$$

V : fréquence de Debye . 10^{13} s^{-1}

n' : nombre de sauts effectués par une lacune avant de tomber dans un piège, devrait comporter deux parties distinctes :

- une première partie due à la contribution de $B_2 \exp(-\varphi t)$ c'est-à-dire aux lacunes de déformation,

- puis une seconde partie rectiligne due à la contribution de $A_2 t$ c'est-à-dire aux lacunes d'origine thermique.

Le tableau XXVII donne les valeurs expérimentales de f en fonction du temps t , valeurs reportées sur les courbes 44 a et 44 b pour des échelles différentes.

A_2 est la pente de la portion rectiligne de la courbe 44 b et a pour valeur 8×10^{-6} , autrement dit est très peu différente de 0.

(13) se simplifie :

$$f^{3/2} = B_2 t \exp(-\varphi t) \quad (13)$$

Soit

$$\log_{10} \left(\frac{f^{3/2}}{t} \right) = \log_{10} B_2 - [\varphi \log_{10} e] t \quad (14)$$

La courbe 45 représente les valeurs expérimentales de $\log_{10} \left(\frac{f^{3/2}}{t} \right)$ en fonction de t ; c'est une droite dont la pente est :

$$-\varphi \log_{10} e = -120 \times 10^{-5} \longrightarrow \varphi = 276 \times 10^{-5}$$

En reportant dans (14) cette valeur de φ nous obtenons :

Tableau XXVII

Alliage à 39,90 at %
Vieillissement sous charge en fonction du temps à 200° pour
une prédéformation = 2,6 %

t_s	$\log_{10} t$	$\Delta \sigma_{\max}$	$\frac{\Delta \sigma_t}{\Delta \sigma_{\max}}$	$f^{3/2} - \left(\frac{\Delta \sigma_t}{\Delta \sigma_{\max}} \right)^{1/2}$	$\log_{10} \left(\frac{f^{3/2}}{t} \right)$
5	0,70		0,051	0,012	- 2,638
17	1,28		0,126	0,045	- 2,60
30	1,48		0,168	0,069	- 2,64
60	1,78		0,240	0,118	- 2,70
120	2,08		0,340	0,198	- 2,78
240	2,38		0,472	0,322	- 2,87
300	2,47		0,478	0,330	- 2,96
3 600			0,640	0,568	
14 400			0,760	0,663	
25 200			0,840	0,732	
57 600		6,25	1	1	
172 800		6	0,950	0,926	



Figure 44a - Courbe $f^{3/2}$ en fonction du temps de vieillissement à 200°C après une prédéformation $\epsilon = 2,60$ %.

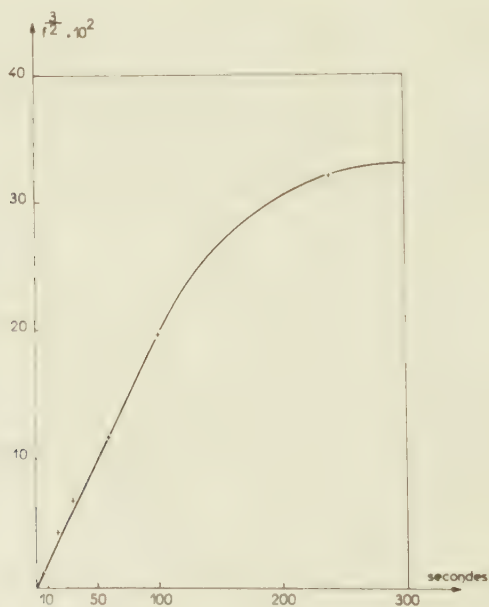


Figure 44b - Courbe $f^{3/2}$ en fonction du temps de vieillissement à 200°C après prédéformation $\epsilon = 2,60$ %.

$$n' = \frac{V}{\varphi} \exp \left(-\frac{U_{d1}}{kt} \right) = 5,1 \times 10^{+4} \quad (15)$$

Le nombre de sauts effectués par une lacune avant son piégeage serait de l'ordre de $5 \times 10^{+4}$.

Une valeur approchée de n' peut être obtenue à partir de l'expression ;

$$n' = V \exp \left(-\frac{U_{d1}}{kT} \right) \cdot t \quad (16)$$

où t est le temps nécessaire pour que le procédé soit à moitié réalisé ; ici $t = 300$ s ce qui donne :

$$n' = 4,2 \times 10^{+4} \quad (17)$$

Cette valeur est assez proche de la précédente.

- Interprétation du phénomène et discussion pour le domaine Fe-Al

Origine du phénomène

Nous venons de montrer que le phénomène des hachures vérifie les équations d'un processus de diffusion par lacunes.

Quel peut être alors le rôle de ces lacunes qui, produites essentiellement pendant la déformation, conduisent à un ancrage des dislocations.

Le phénomène Portevin-Le Chatelier d'origine lacunaire a dans la plupart des cas son origine dans l'ancrage de dislocations par des atomes de soluté en substitution dans le réseau : cas des aluminium-magnésium (CAISSO, 1958), béryllium-fer (WEISZ et al., 1962), cuivre-étain (RUSSELL, 1963).

Cependant dans notre cas la forte teneur en fer et aluminium des alliages doit nous amener à considérer ces éléments comme des éléments constitutifs et rejeter l'idée d'un ancrage prononcé des dislocations de surstructure par la formation d'un nuage de Cottrell de ces éléments.

D'autre part, l'alliage étudié contient une addition volontaire de 1000 p.p.m. de zirconium destiné à piéger le carbone et améliorer les propriétés mécaniques. Ce zirconium en excès pourrait participer à un blocage des dislocations et dans ce cas les hachures correspondraient à un phénomène classique ; cependant ces hachures existent encore et ne semblent pas modifiées pour des alliages très purs sans addition de zirconium (39,90 at. % Al ; 40 p.p.m. C. ; 350 p.p.m. N.).

Enfin, les teneurs en carbone et azote assez élevées pourraient donner lieu à un effet Cottrell ; mais il est généralement admis que les hachures débutent alors dès le début de la phase plastique et ne sont pas gouvernées par un mécanisme d'origine lacunaire.

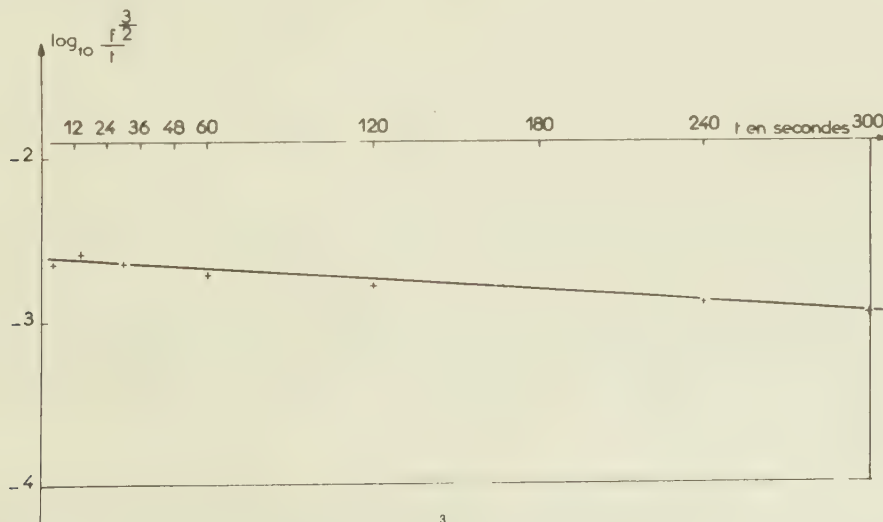


Figure 45 - $\log_{10} \frac{f^3}{t}$ en fonction du temps.

RUDMAN (1962) a établi une théorie qui suppose que la création de lacunes supplémentaires par rapport à l'équilibre thermique aurait pour conséquence une répartition hétérogène de l'ordre dans une solution ordonnée.

Il étudie la situation créée par la trempe de la température T_1 (degré d'ordre S_1 , concentration en lacunes n_1) à la température T_2 (S_2 , n_2) inférieure à T_1 . Cette trempe introduit à T_2 un excès de lacunes $\Delta n = n_1 - n_2$, hors d'équilibre à T_2 . Ces lacunes évolueraient plus rapidement au voisinage des dislocations de surstructure, qui jouent le rôle de puits, ce qui se traduirait par une répartition inhomogène du degré d'ordre comme l'indique la figure 46 car la vitesse de mise en ordre est plus grande loin des dislocations où la concentration en lacunes est plus élevée.

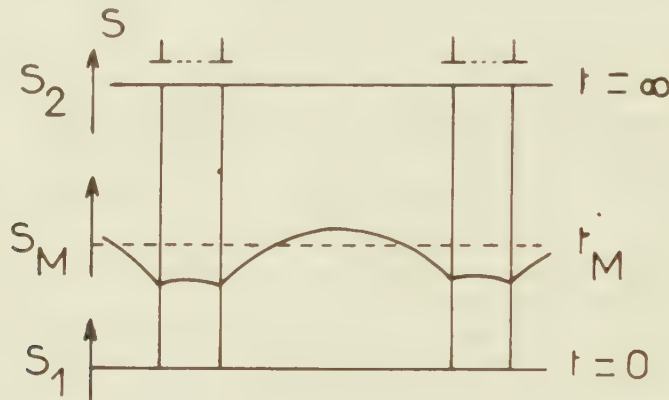


Figure 46 - Variation du degré d'ordre.

t_0 : situation avant la trempe, c'est-à-dire avec le degré d'ordre homogène S_1 .

t_M : situation intermédiaire entre S_1 et S_2 homogènes est caractérisée par l'ordre inhomogène de Rudman,

t_∞ : situation finale lorsque S_1 est régulièrement réparti.

D'après BROWN (1959), puis RUDMAN (1962) dans une paire de dislocations imparfaites constituant une dislocation de surstructure, la dislocation de tête crée derrière elle une frontière anti-phase dans un matériau de degré d'ordre S_T et celle de queue élimine la frontière anti-phase dans un matériau de degré d'ordre S_Q inférieure à S_T . La contrainte alors nécessaire au déplacement est proportionnelle à $(S_T^2 - S_Q^2)$ et se traduit par un ancrage prononcé des dislocations de l'ordre de grandeur de celui observé expérimentalement dans les laitons après trempe.

Voyons comment ces résultats théoriques pourraient être appliqués aux Fe-Al 40.

Nous pouvons imaginer que la situation décrite par RUDMAN peut exister non seulement dans le cas d'un alliage trempé, mais aussi dans le cas d'un alliage déformé où peut exister un excès de lacunes.

Nos observations sur le Fe-Al 40 nous ont déjà montré que la déformation pourrait intervenir par déplacement des dislocations de surstructure constituées par des paires séparées par un ruban de frontière anti-phase.

Par ailleurs, nous savons aussi que le Fe-Al 40 est susceptible de se désordonner par déformation ; ainsi du Fe-Al 40 écroui à la température ambiante devient magnétique. Cette apparition du magnétisme doit provenir d'une modification des liaisons du type Fe-Al ; il est donc vraisemblable que l'introduction de lacunes par déformation et la déformation elle-même peuvent diminuer l'ordre du Fe-Al 40, en particulier l'ordre au voisinage des plans de glissement. Le magnétisme disparaît par un revenu à 200° C.

Dans notre cas, sur un échantillon non trempé, la concentration en lacunes résultant de la déformation excède la concentration normale d'origine thermique à la température de l'essai. Si en cours de traction une situation analogue à t_M peut s'établir pour une concentration suffisante en lacunes de déformation, il y aura ancrage et crochets ; c'est ce que nous observons.

Voyons quels seront alors les caractéristiques du phénomène :

a) La nécessité de créer une situation analogue à t_M se traduit par une déformation minimum pour créer suffisamment de lacunes sur un échantillon lentement refroidi ou au contraire la nécessité d'une trempe suivie d'une faible déformation. C'est effectivement ce que nous observons expérimentalement.

b) La condition précédente est nécessaire mais non suffisante pour la manifestation du phénomène ; la mobilité des lacunes doit être telle qu'une situation identique à t_M ait le temps de s'établir entre deux crochets successifs c'est-à-dire pendant l'essai de traction.

Soit :

t_s : le temps nécessaire à l'apparition de la structure correspondant à l'ordre inhomogène de Rudman,

$t_d : \frac{\Delta \epsilon}{\epsilon^0}$ le temps de propagation de l'onde de déformation,

$\Delta \epsilon$: déformation entre deux crochets qui recréera des lacunes supplémentaires.

Si :

$t_s \gg t_d$: la diffusion n'a pas le temps de se produire,

$t_s \simeq t_d$: il y aura des crochets,

$t_s \leq t_d$: peut conduire à t_∞

Comme les vitesses de diffusion sont contrôlées aussi par la température nous concevons que le phénomène dépende à la fois de la vitesse $t_d = \frac{\Delta \epsilon}{\epsilon^0}$ et de la température.

Nous trouvons effectivement que T doit être compris entre 190° et 340° pour $v = 1,30 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

c) Dans le domaine de température où le phénomène existe, la mobilité des lacunes pour les températures les plus basses (200°) est faible et pour que le phénomène ait le temps de se produire il faut introduire une grande quantité de lacunes en excès ce qui se traduira par une déformation minimum élevée, $\epsilon_n \simeq 4,53 \%$; puis quand la température augmente, la mobilité des lacunes croît et ϵ_n diminue conformément à nos résultats ($\epsilon_n \simeq 0,4 \%$ à partir de 245°C).

d) Pour une même déformation, donc pour sensiblement une même concentration en lacunes, le temps de vieillissement t_d correspondra aux situations suivantes :

à basse température 200° : $0 < t_d < t_M$

à haute température 300° : $t_M < t_d < \infty$

Ainsi, en fonction de la température l'espacement des crochets sera croissant jusqu'à ce que $t_d = t_M$ puis décroissant pour les valeurs de t_d supérieures à t_M ce que nous constatons sur les courbes.

e) A température constante, la concentration en lacunes augmente avec la déformation ce qui doit se traduire par une augmentation de l'amplitude des crochets ; ceci est conforme à nos observations.

f) Pour une température donnée, la durée de propagation de l'onde de déformation diminue quand la vitesse de traction ϵ^0 croît ; effectivement, nous constatons une diminution de l'amplitude des crochets et une augmentation de ϵ_n quand croît la vitesse de traction.

g) Enfin, à haute température il est possible de supposer que t_s soit très supérieur à t_d pour expliquer que le phénomène disparaisse par la fin des courbes. Par contre il semble difficile de supposer que la vitesse de microfluage, accélérée par les lacunes en forte concentration soit de l'ordre de la vitesse de traction ; en effet, d'après GUERSTRIKEN et DEKTYAR, à 40 at. % d'Al on aurait :

$$Q = 56\,800 \text{ cal/mol.} \quad \text{et} \quad D_0 = 50 \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$$

pour la diffusion du Fe dans Fe-Al.

Ceci donnerait à 350° un coefficient de diffusion de l'ordre de $10^{-14} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$; bien qu'il ne soit pas possible d'en déduire la vitesse de microfluage car la formule donnée par VAN BUEHREN

n'est pas homogène, la vitesse de microfluage serait inférieure de plusieurs ordres de grandeur à la vitesse de traction ; ainsi le microfluage ne pourrait expliquer la disparition du phénomène par le haut des courbes.

- Mécanisme de Sumino et influence de l'ordre à courte distance de Rudman

La théorie de SUMINO (1958) repose sur le concept de l'interaction ordre à longue distance - champ de contrainte autour d'une dislocation ; cette interaction se traduit par un blocage des dislocations d'autant plus fort que le degré d'ordre à longue distance est faible et prévoit une discontinuité due à cet effet à la température critique.

RUDMAN (1962) a calculé la résistance opposée au mouvement des dislocations par un ordre à courte distance dans une solution ordonnée à longue distance ; il trouve que cette résistance augmente très rapidement au voisinage de la température critique et présente une discontinuité à cette même température.

Ces deux mécanismes prévoient donc une discontinuité à la température critique mais celui de RUDMAN serait prépondérant pour les températures critiques pas trop élevées.

A 200° nous sommes peut être trop loin de la température de transformation ordre-désordre pour que le mécanisme de Sumino ou de Rudman se traduise par une discontinuité en fin de limite élastique ; cependant à 200°, par déformation plastique nous créons des lacunes qui permettent l'établissement d'un ordre à courte distance autour des dislocations. Le mécanisme de Rudman interviendrait alors et ancrerait ces dislocations ; le désancrage se produira quand la tension appliquée sera suffisante et se traduira par une discontinuité sur la courbe effort-déformation.

Ceci explique :

- la nécessité d'une déformation plastique pour la manifestation des crochets (diminution du degré d'ordre à longue distance, création de lacunes, ordre à courte distance ...),

- que l'amplitude des crochets pour une même température augmente quand le degré d'ordre diminue, l'influence de l'ordre à courte distance étant prépondérante,

- cette théorie tient compte de la disparition des hachures par le haut des courbes, l'alliage étant alors dans un état d'ordre moyen à peu près uniforme quand tout le volume de l'éprouvette a été balayé par des dislocations. Par disparition par le haut des courbes il faut comprendre que la déformation maximum ϵ_m correspondant au dernier crochet décroît quand la température augmente.

CONCLUSION

Nous avons essayé de déterminer les conditions dans lesquelles se manifeste le phénomène Portevin-Le Chatelier et avons mis en évidence les influences respectives de la température, de la vitesse de traction et du taux de déformation.

Il semble que les conditions d'apparition (en particulier la nécessité d'une déformation préalable) et de disparition des hachures par le haut des courbes permettent de rattacher l'origine du phénomène à un mécanisme lacunaire.

Une augmentation de la température a le même effet qu'une diminution de la vitesse de traction et en faisant varier soit la température, soit la vitesse nous avons déterminé expérimentalement la valeur $n = 1$ de l'exposant de VAN BUEREN et une énergie de déplacement de 1 eV pour les lacunes, valeurs qui paraissent raisonnables.

Nous avons essayé de séparer les contributions respectives des lacunes d'écrouissage et des lacunes thermiques de trempe et pensons que ces dernières ont une influence négligeable ou ne sont pas retenues au cours de la trempe.

Les essais sur échantillons trempés ont conduit pour l'exposant n à la même valeur soit environ 1 ; ceci pourrait montrer que les mécanismes de déformation ne sont pas sensiblement modifiés par la trempe.

Par des essais de vieillissement sous tension, nous avons déterminé le nombre moyen de sauts effectués par les lacunes d'écrouissage avant de disparaître dans un piège et avons trouvé $n = 5 \times 10^4$.

Nous avons essayé d'appliquer la théorie de l'ordre inhomogène de Rudman et les théories de l'ordre à longue distance et de l'ordre à courte distance de Sumino et Rudman ; en comparant les résultats nous trouvons un bon accord.

CONCLUSION

Nous avons présenté dans cette étude les résultats obtenus avec des alliages fer-aluminium dont la composition s'étend de 0 à près de 50 at. % d'aluminium.

1 - La principale difficulté à résoudre résidait dans la fragilité intergranulaire des alliages ordonnés ; celle-ci a été considérablement réduite grâce à des conditions appropriées :

1/ d'élaboration : par l'emploi de matériaux de haute pureté, l'affinage du grain et le blocage du carbone,

2/ de transformation : il est nécessaire de gagner les alliages de teneur supérieure à 30 at. % et la température de transformation, par filage ou laminage, doit être suffisamment élevée pour que la recristallisation soit instantanée pendant la transformation.

Malgré ces précautions il subsiste une certaine fragilité résiduelle due aux structures ordonnées Fe_3Al et Fe-Al dont les mécanismes de déformation sont en nombre insuffisant à la température ambiante.

2 - Les propriétés élastiques sont en rapport avec les diagrammes fer-aluminium. Les températures de transformation $\alpha \longrightarrow \text{Fe}_3\text{Al} + \alpha$; $\text{Fe}_3\text{Al} \longrightarrow \alpha + \text{Fe-Al}$ (540°C) et $\text{Fe}_3\text{Al} + \text{Fe-Al} \longrightarrow \text{Fe-Al}$ sont bien mises en évidence.

Le module d'élasticité est minimum pour 24 at. % et maximum dans le domaine Fe-Al pour les températures comprises entre 20 et 600°.

L'augmentation du module d'élasticité à partir de 25 at. % environ est en rapport avec la formation de liaisons covalentes.

3 - L'analyse des variations de la limite élastique et du durcissement par écrouissage en fonction de la température fait apparaître certaines relations avec les structures ordonnées à longue distance et à courte distance, la présence de domaines anti-phases vers 25 at. % et l'existence de dislocations de surstructure dans le domaine ordonné Fe-Al.

4 - Les alliages des trois domaines α , Fe_3Al et Fe-Al présentent le phénomène Portevin-Le Chatelier.

Dans le domaine Fe-Al nous avons essayé de montrer que celui-ci trouvait son origine dans un mécanisme lacunaire, avons déterminé une énergie de déplacement de ces lacunes de 1 eV et précisé leur rôle par l'influence qu'elles ont sur les dislocations ce qui nous a conduit à l'ordre inhomogène de Rudman qui pourrait expliquer les crochets observés sur les courbes de traction.

BIBLIOGRAPHIE

- G.W. ARDLEY et A.H. COTTRELL - Proc. roy. soc. 219 (1953).
- D.J. BAILEY - Acta Met. Vol. 13, n° 4, p. 436.
- C. BOULANGER - Mem. Sc. Rev. Met. 47, 7, 547 (1950).
- A.J. BRADLEY et A.H. JAY - Proc. Roy. Soc. A. 136, 210 (1932).
- N. BROWN - Phil. Mag. 4, 693 (1953).
- G. CABANE - Rapport vitesse non diffusée.
- R.W. CAHN et J.A. COLL - Acta. Met. 9, 138 (1961).
- J. CAISSO - Thèse Poitiers, Publi. Sci. Tech. Min. Air n° 357 (1958).
- A.H. COTTRELL - Report of conference on strength of solids. Bristol. 1947.
- A.H. COTTRELL - The phil. Mag. 44, 829 (1953).
- R.G. DAVIES - Ford. report SL 63-58 (1963) ; Trans A.I.M.E. 2304, 903,6 (1964).
- R.G. DAVIES et N.S. STOLOFF - Acta Met. 12, 473 (1964).
- D.B. FISCHBACH - Bull. Am. Phys. Soc. II, 2, 122 (1957) ; Acta Met. 4, 319 (1962).
- J.C. FISHER - Phys. Rev. 91, 252 (1953) ; Acta Met. 2, 9 (1954).
- P.A. FLINN - Trans. Met. Soc. A.I.M.E. 218, 145 (1960).
- F. FORSTER - Zeitschrift für Metallkunde 29 (1937) S. 109-115.
- J. FRIEDEL - Les dislocations. Gauthiers Villars (1956) p. 270-271.
- T. FUKUROÏ et Y. SHIBUYA - Sci. Rep. Tohoku University A5, 405 (1953).
- V.V. GEITCHENKO et A.A. SMIRNOV - Fizika metallov i metallovedenie S.S.S.R. 13, 44 (1961).
- J. GREGOIRE - Communication privée. Faculté de Poitiers. Avril 1964.
- GRÜNEISEN - Annales de Physique 39, 2571 (1912).
- P. HAASEN et G. LEIBFRIED - Fortschritte der Physik 2, 79 (1955).
- R.A. HADFIELD - J. of Iron and steel institute 161, n° 11 (1890).
- G.T. HAHN - Acta Met. 10, 8, 727 (1962).
- J. HILLAIRET, J. DELAPLACE et A. SILVENT - Rapport Vitesse non diffusé.
- P.B. HIRSCH et J. SILCOX, R.E. SMALLMAN et K.H. WESTMACOOT - The Phil. Mag. 32, 897 (1958).
- C.R. HOUSKA - J. Phys. Chem. Solids. Vol. 24 p. 95 (1963).
- J.A. HREN - Physika Status Solidi 3, 1603 (1963).

- W. JUSTUSSON, V.F. JACKAY et E.R. MORGAN - Trans. Am. Soc. Met. 49, 905 (1957).
- E.X. KAYSER - Ford Motor Co WADC Tech. rep. 57, 298, part I (1957).
- KLODZYNSKI - Communication personnelle. Laboratoire de Monsieur le Professeur FAIVRE. Ecole des Mines de Nancy (1964).
- T. KUBO - Nippon Sugaku Buturi Gakkai-ski 16 (1942), 426 ; 17 (1943), 449 ; Toshiba Kenkyu Jiho, 18 (1943), 309.
- A. LAWLEY et R.W. CAHN - J. Phys. Chem. Solids, 20, 3/4, 204 (1961).
- A. LAWLEY, J.A. COLL et R.W. CAHN - Trans. Met. Soc. 218, 1, 166 (1960).
- A. LAWLEY, E.A. VIDOZ et R.W. CAHN - Acta Met. 9, 287 (1961).
- F. LIHL et H. EBEL - Arch für das Eisenhüttenwesen, 32, 7, 483 (1961).
- F. LIHL et R. STICKLER - Arch. für das Eisenhüttenwesen, 31, 1, 47 (1960) ; 31, 2, 129 (1960).
- G. LÜTJERING et H. WARLIMONT - Zeitschrift für Metallkunde 1, 1 (1965).
- H.J. MAC QUEEN et G.F. KUCZINSKY - Trans. Met. Soc. A.I.M.E. 215, 619 (1959).
- M.J. MANJOINE - Trans. Am. Soc. Mech. Eng. 66, 241, A (1944).
- M.J. MARCINKOWSKI et N. BROWN - Acta Met. 9, 8, 764 (1961).
- M.J. MARCINKOWSKI et R.M. FISHER - J. Appl. Phys. 34, 8, 2135 (1963).
- H. MASUMOTO et H. SAITO - Nippon Kinzoku Gakkai-ski, 8 (1944), 359 ; Sci. Rep. Ritu, A (1951) 523.
- the MARTIN Co, Final report MND DB 2525, Contract no AT (30-3) 325 (April 1959).
- P. MORGAND - Communication personnelle C.E.A. (1965), à paraître.
- J.F. NACHMAN et W.J. BUEHLER - J. Appl. Phys. 25, 3, 307 (1954) ; Navord 4237 (1956).
- S.A. NEMNONOV et K.M. KOLOBVA - The physics of metals and metallography 6, 1, 619 (1958).
- Z. NISHIYAMA - Sci. Rep. Tohoku Univ. 18 (1929), 359.
- Nucleonics 18, 4, 82 (1960).
- F.C. PERKINS et J.F. NACHMAN - AECU 4290 - 4400 - 4467 - 4528 (1959). AECU 4698 et TID 5626 (1960).
- S.V. RADCLIFFE, B.L. AVERBACH et M. COHEN - Acta Met. 9, 3, 169 (1961).
- L. RIMLINGER, A. PIANELLI et R. FAIVRE - C.R. Acad. Sci. 26, 1, 148 (1965).
- P.S. RUDMAN - Acta Met. 8, 5, 321 (1960) ; Acta Met. 10, 3, 253 (1962).
- B. RUSSELL - The Phil. Mag 8, 88, 615 (1963).
- B. RUSSELL et P. VELA - The Phil. Mag. 8, 88, 677 (1963).
- J.C. SHYNE et M.J. SINNOTT - Trans. Met. Soc. AIME 218, 86 (1960).
- A. SILVENT - Communication personnelle C.E.A. (1965), à paraître.
- J. SIMON, J. CAISSO, Mme J. GUILLOT et P. VIOLAN - Mem. Sc. Rev. Met. 12, 841 (1964).
- A.W. SLEESWYK - Acta Met. 6, 9, 598 (1958).
- P.R. SPERRY - Acta Met. 11, 2, 153 (1965).
- N.S. STOLOFF et R.G. DAVIES - Acta Met. 12, 473 (1964).
- K. SUMINO - Sc. Rep. Inst. Tohoku Univ. A, 10, 283 (1958).
- C. SYKES et J.W. BAMPFYLDE - J. Iron Steel inst. 130, 2, 389 (1934).
- R. TAMHANKAR, J. PLATEAU et C. CRUSSARD - Mem. Sc. Rev. Met. 4, 383 (1958).
- A. TAYLOR et R.M. JONES - J. Phys. Chem. Solids (1958) 6, 16.
- H.G. VAN BUEREN - Imperfections in crystals. North Holland publishing company Amsterdam 156 (1960).

- E.A. VIDOZ et N. BROWN - The Phil. Mag. 7, 79, 1167 (1962).
M. WEISZ, J. MALLÉN et Y. ADDA - VIe Colloque de Métallurgie. Saclay (1962).
C. WERT - J. Appl. Phys. 26, 1, 640 (1955).
T. YAMAMOTO - Denki Tsūshin Gakkai-ski 229 (1942), 273.
M. YAMAMOTO et S. TANIGUCHI - Sci. Rep. Tohoku University A₈ (1956), 193.

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

"LES GAZ RARES DANS LES METAUX".

Vu et approuvé :

Paris, le 28 Juin 1966

Le Doyen de la Faculté des Sciences
de Paris

C. GAUTHERON

Vu

et Permis d'imprimer :

Le Recteur de l'Académie de Paris

J. ROCHE

IMPRIMERIE LOUIS-JEAN

Ouvrages scientifiques

TYPO - OFFSET

GAP (Hautes-Alpes)

Dépôt légal n° 284

1967

